

**Der Titan-Keramik-Verbund aus experimenteller Sicht -
eine vergleichende Untersuchung zweier aktueller Systeme**

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

vorgelegt dem Rat der Medizinischen Fakultät
der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Tobias Gürtler
geboren am 03.09.1977 in Arnstadt

Gutachter:

- 1. Prof. Dr. D. Welker, Jena**
- 2. Prof. Dr. E. Lenz, Kiliansroda**
- 3. Prof. Dr. R. Luthardt, Dresden**

Tag der öffentlichen Verteidigung: 07.12.2004

Inhaltsverzeichnis	Seite
Abkürzungsverzeichnis	4
1 Zusammenfassung	5
2 Einleitung	7
3 Zielstellung	17
4 Material und Methode	18
4.1 Untersuchte Werkstoffe	18
4.2 Präparative Methoden	19
4.2.1 Normative Grundlage der Prüfkörperherstellung	19
4.2.2 Herstellung der Titanprüfkörper	19
4.2.3 Konditionierung der Titanprüfkörper für die Keramikverblendung	20
4.2.4 Auftragen der keramischen Massen	20
4.2.5 Alterung der Verbundprüfkörper	21
4.2.6 Herstellung der Querschliffe	21
4.2.7 Präparation der Proben für die Rasterelektronenmikroskopie	22
4.3 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften	23
4.3.1 Mikrohärtigkeit nach VICKERS (MHV 0,02)	23
4.3.2 Elastizitätsmodul	24
4.3.3 Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit	24
4.4 Mikroskopie und Röntgenmikroanalyse	25
4.4.1 Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie und Röntgenmikroanalyse	25
4.4.2 Charakterisierung der konditionierten Titanoberflächen	26
4.4.2.1 Lichtmikroskopische Darstellung der Titanoberflächenzustände	26
4.4.2.2 Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen	27
4.4.3 Charakterisierung der Verbundproben	27
4.4.3.1 Rasterelektronenmikroskopische Darstellung der Verbundproben	27
4.4.3.2 Sauerstofftiefenprofil im Titan	27
4.4.4 Charakterisierung des Bruchverlaufs	27
4.5 Statistische Auswertung	30
5 Ergebnisse	31
5.1 Mikroanalytische Charakterisierung der Werkstoffe	31
5.2 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften	31
5.2.1 Mikrohärtigkeit nach VICKERS (MHV 0,02)	31
5.2.1.1 Einfluss des Gussvorgangs und der Oberflächenkonditionierung	32
5.2.1.2 Einfluss der keramischen Massen und der Brennbedingungen	32
5.2.2 Elastizitätsmodul	36
5.2.3 Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit	37
5.2.3.1 Einfluss der untersuchten Titan-Keramiken	38
5.2.3.2 Einfluss der thermozyklischen Alterung	38
5.2.3.3 Einfluss der Oberflächenkonditionierung	39
5.2.3.4 Einfluss der Oberflächenkonditionierung und der thermozyklischen Alterung	40
5.2.3.5 Statistische Auswertung	40

5.3	Mikroskopie und Röntgenmikroanalyse	42
5.3.1	Charakterisierung der Titanoberflächen	42
5.3.1.1	Lichtmikroskopische Darstellung	42
5.3.1.2	Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen	44
5.3.2	Charakterisierung der Verbundproben	45
5.3.2.1	Rasterelektronenmikroskopische Darstellung	45
5.3.2.2	Sauerstofftiefenprofil im Titan	47
5.3.3	Charakterisierung des Bruchverlaufs	49
5.3.3.1	Makroskopische Untersuchungen	49
5.3.3.2	Rasterelektronenmikroskopische und mikroanalytische Untersuchungen	51
5.3.3.3	Einordnung in die Bruchcharakteristiken nach DORSCH	58
6	Diskussion	60
6.1	Werkstoffe, Prüfkörperherstellung und Probenpräparation	60
6.2	Methoden und Ergebnisse	65
6.2.1	Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02)	65
6.2.2	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit	67
6.2.3	Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen	71
6.2.4	Sauerstofftiefenprofil im Titan	72
6.2.5	Charakterisierung des Bruchverlaufs	74
7	Schlussfolgerungen	78
8	Literaturverzeichnis	79
9	Anhang	90

Abkürzungsverzeichnis

At.-%	Atomprozent
DIN	Deutsche Industrienorm
EDAX	Energy-dispersive analysis of X-ray
E-Modul/ E_M	Elastizitätsmodul
g.	gealtert
Gew.-%	Gewichtsprozent
KS	Keramikseite
LS	Luftseite
MHV	Mikrohärte VICKERS
n.s.	nicht signifikant
p	Signifikanzniveau
Pk	Prüfkörper
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RMA	Röntgenmikroanalyse
s.	signifikant
SE	Sekundärelektronen
TLW	Temperaturlastwechsel
TRIC	TRICERAM
ug.	ungealtert
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient

1 Zusammenfassung

Metall- und legierungsbedingte Erkrankungen in der Mundhöhle sind in Anbetracht der Vielfalt der verschiedenen im Dentalhandel erhältlichen Legierungen und ihres breiten Einsatzes eher selten. Diagnostisch und therapeutisch sind sie jedoch ein schwierig zu beherrschendes Vorkommnis in der zahnärztlichen Praxis. Obwohl die Zusammensetzung der meisten Dentallegierungen bekannt ist, können heute noch keine genauen Angaben zum biologischen Langzeitverhalten getroffen werden. Aus dieser Unsicherheit heraus ist das gewachsene Interesse in der Zahnmedizin am Element Titan verständlich. Durch den Einsatz in der Allgemeinmedizin hat es seine Körperverschbarkeit seit langem bewiesen, denn bis heute gibt es keinen wissenschaftlich gesicherten Nachweis von Unverträglichkeitsreaktionen gegenüber dem Titan.

Für die aus ästhetischen Gründen notwendige Verblendung des Titans stehen neben Kunststoffen, spezielle, niedrigschmelzende Verblendkeramikmassen zur Verfügung. Ziel der vorliegenden Arbeit war es, zwei aktuelle Titan-Keramik-Systeme bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften sowie ihrer Bruchcharakteristika *in vitro* zu untersuchen, wobei verschiedene Oberflächenkonditionierungen und ein Alterungsverfahren einbezogen wurden.

Entsprechend den Vorschriften der DIN EN ISO 9693 wurden Verbundprüfkörper aus gegossenem Titan Grad 1 sowie TRICERAM- beziehungsweise VITA-Titan-Keramik hergestellt. Bei der Hälfte der Prüfkörper erfolgte die Fertigung exakt nach Herstellerangaben, die Titanoberfläche wurde hierbei ausschließlich mittels Edelmetallstrahlen konditioniert. Bei den restlichen Prüfkörpern wurde das Metall zur Modifizierung des Oxidationsverhaltens und zur Optimierung der Verbundfestigkeit zusätzlich mit dem Kugelstrahlmittel α -OKM bearbeitet. Ein thermozyklisches Alterungsverfahren simulierte praxisrelevante Bedingungen in der Mundhöhle. Die unterschiedlichen Strahlmittel, die Einbettmasse sowie die Bonder- und Opakermassen, als die für den Verbund wesentlichsten Werkstoffe, wurden röntgenmikroanalytisch bezüglich ihrer Zusammensetzung charakterisiert. Aus den Ergebnissen der Mikrohärteprüfung nach VICKERS (MHV 0,02) konnten Rückschlüsse auf Grenzflächenreaktionen im Titan gezogen werden. Die Verbundfestigkeit zwischen Titan und Keramik wurde anhand der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten bei der Drei-Punkt-Biegeprüfung nach SCHWICKERATH bestimmt. Mikroskopische und röntgenmikroanalytische Untersuchungen dienten der Charakterisierung verschiedener Titanoberflächenzustände sowie der konditionierten Titanoberflächen.

Ebenso wurden Verbundprüfkörperquerschliffe rasterelektronenmikroskopisch dargestellt und der relative Sauerstoffgehalt im Titan bestimmt. Die Lokalisation des Bruches im Titan-Keramik-System wurde aus den Ergebnissen morphologischer und mikroanalytischer Betrachtungen bestimmt.

Die Mikrohärteuntersuchungen edelkorundgestrahlter, unverblendeter Titanprüfkörper zeigten eine zur Oberfläche hin steigende Aufhärtung. Dies belegt abgelaufene Grenzflächenreaktionen beim Gussvorgang sowie bei der Oberflächenkonditionierung. Das zusätzlich kugelgestrahlte Titan wies im Gegensatz zum ausschließlich Edelkorundgestrahlten Titan in den oberflächlichsten Bereichen eine weitere Aufhärtung auf.

Die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeitslagen lagen im Bereich anderer, aktuell veröffentlichter Ergebnisse zu Titan-Keramik-Systemen. Sofern die Prüfkörper nach Herstellerangaben gefertigt wurden, konnte die Normforderung von mindestens 25,0 MPa stets erfüllt werden, auch nach entsprechender Alterung. Das Kugelstrahlen zusätzlich zum Edelkorundstrahlen führte bei beiden Titan-Keramiken zu einer Abnahme der Verbundfestigkeit. Die höchsten Werte wurden mit dem TRICERAM-System erreicht. Der Bruch verläuft hier innerhalb des Titanoxids beziehungsweise zwischen metallischem Titan und Titanoxid. Demgegenüber ist der Bruch beim VITA-System vorwiegend innerhalb der Keramik oder zwischen Titanoxid und Keramik lokalisiert. Charakteristisch für die VITA-Keramik sind im Bonder vorherrschende Porositäten aufgrund organischer Bestandteile des gebrauchsfertigen Pastenbonders.

Röntgenmikroanalytische Untersuchungen der konditionierten Titanoberflächen bekräftigen die Vermutung, dass der zum Verbund zur Verfügung stehende Titanflächenanteil durch die Strahlpartikel deutlich reduziert wird.

Die Untersuchungen zum relativen Sauerstoffgehalt im Titan bestätigen die von den Herstellern propagierten reduzierenden Eigenschaften der Bondermassen.

Schlussfolgernd ist festzustellen, dass für keramisch verblendeten Zahnersatz aus Titan das TRICERAM-System zu empfehlen ist. Die Verwendung des Pastenbonders beim VITA-System ist kritisch zu sehen. Durch Kugelstrahlen kann der Verbund Titan/Keramik nicht verbessert werden, stattdessen sollten die Herstellerangaben unbedingt eingehalten werden. Eine weitere Optimierung des Titan-Keramik-Verbundes ist erforderlich, da die Festigkeit konventioneller Legierungs-Keramik-Systeme noch nicht erreicht wird.

2 Einleitung

In der Zahnheilkunde hat die Auswahl des geeigneten Werkstoffs eine entscheidende Bedeutung für den Erfolg einer Therapie und liegt in der Verantwortung des behandelnden Zahnarztes (Wirz, 2002). Insbesondere in den letzten Jahren sind das Interesse in der Bevölkerung und deren Wunsch nach Informationen bezüglich der verwendeten Materialien deutlich angestiegen (Wang und Fenton, 1996; Wiedemann, 1996). Neben der „Esthetic Dentistry“ dominiert heute als weiteres wesentliches Schlagwort die „Biokompatible Zahnmedizin“ (Wirz, 1998). Auch wenn andere Materialien eine immer größere Bedeutung in der Zahnheilkunde gewinnen, kann derzeit auf den Einsatz von Metallen nicht verzichtet werden. Dabei gilt als wesentliche Forderung, Unverträglichkeitsreaktionen bei der Eingliederung von metallischem Zahnersatz zu vermeiden und gleichzeitig den ästhetischen Ansprüchen vollkommen gerecht zu werden. Eine moderne und biologisch orientierte Werkstoffkunde erfordert daher zwangsläufig eine Auseinandersetzung mit dem metallischen Werkstoff Titan und entsprechenden Verblendsystemen (Wirz, 1998). Seine besonderen Eigenschaften machen das Titan für die Verwendung in der täglichen Praxis interessant und erfordern deshalb wissenschaftliche Untersuchungen zur Optimierung für den zahnmedizinischen Anwendungsbereich.

Nachdem das Titan seit vielen Jahren erfolgreich in der Humanmedizin genutzt wird (Moritz, 1999), ist es auch in der Zahnheilkunde ein seit jüngerer Zeit verwendeter Werkstoff. Bis zum Ende der 80er Jahre konnten jedoch lediglich industriell präfabrizierte Werkstücke therapeutisch genutzt werden (Rinke und Hüls, 1998). Nach ersten Versuchen zur gusstechnischen Herstellung von Zahnersatz aus Titan im Jahre 1977 (Waterstrat et al., 1978), wurden die Entwicklungen vor allem in Japan weiter verfolgt und mündeten in der Vorstellung erster kommerziell nutzbarer Titangießsysteme im Jahre 1988 (Kitamura, 1988). Obwohl zu dieser Zeit noch viele technische Schwierigkeiten bestanden, konnte der Durchbruch des Titans in der Zahnheilkunde nicht mehr aufgehalten werden. Das „Titanfieber“ war ausgebrochen (Pässler et al., 1991), und von einem so genannten „Superalloy“ wurde gesprochen (Wirz, 1990). Diese Entwicklung ist angesichts der vielen positiven Eigenschaften des Titans und des steigenden Allergikerpotentials in der Bevölkerung verständlich (Pilecki und Pilecki, 1992).

Über die hervorragende Biokompatibilität und Korrosionsresistenz des Titans berichteten bereits viele Autoren (Geurtsen und Marx, 1990; Berstein et al., 1992; Meyer und Lüthy, 1995; Luo et al., 2002). Die Ursache dieser positiven Eigenschaften liegt in der Ausbildung

eines dünnen, dichten, stabilen und festhaftenden Oxidfilms auf der Metalloberfläche begründet. Diese passivierende Schicht wird nach einer Beschädigung sofort wieder erneuert, sofern Sauerstoff im umgebenden Medium vorhanden ist (Geis-Gerstdorfer und Weber, 1989; Könönen und Kivilahti, 2001). Die geringe Affinität gegenüber schwefelhaltigen Gruppen von Proteinen begründet die geringe Toxizität des Titans (Lubberich, 1997; Strietzel, 1998).

Obwohl bei hochsensitiven immunologischen *In-vitro*-Tests (Lymphozyten-Transformations-Test) in einigen Fällen eine Sensibilisierung gegenüber Titan aufgetreten sein soll (Valentine-Thon und Schiwara, 2003), ist deren klinische Bedeutung allerdings sehr umstritten (Kohal und Klaus, 2003). Bis heute gibt es keine wissenschaftlich abgesicherten Belege für Unverträglichkeitsreaktionen auf Titan.

Allein diese Antiallergenität und Atoxizität lassen den Einsatz des Titans in der Mundhöhle unbedenklich erscheinen (Moormann, 1994). Die Geschmacksneutralität und die geringe Wärmeleitfähigkeit sind weitere Vorteile für den Einsatz im dentalen Bereich (Pilecki und Pilecki, 1992; Rinke et al., 1992). Eine ebenso günstige Eigenschaft des Titans ist seine relative Durchlässigkeit für Röntgenstrahlen (Geurtsen und Marx, 1990). Dies erlaubt die röntgenografische Beurteilung von Gussobjekten sowie die Diagnostik von kariösen Läsionen im Randbereich von festsitzendem Zahnersatz.

Durch die geringe Dichte von $4,5 \text{ g/cm}^3$ ist Titan etwa viermal leichter als Gold ($19,3 \text{ g/cm}^3$), wodurch insbesondere bei großvolumigem Zahnersatz ein verbesserter Tragekomfort für den Patienten entsteht (Geis-Gerstdorfer, 2003).

Neben diesen eher klinisch relevanten Aspekten sind volkswirtschaftliche Gründe für das starke Interesse an Titan von Bedeutung. Titan ist das 10.-häufigste Element auf der Erdkruste und in Form seiner Mineralien ubiquitär verfügbar. Die Materialkosten sind allgemein als gering einzustufen (Berg, 1997), auch wenn die industrielle Gewinnung schwierig ist und die notwendigen Geräte zur Verarbeitung im Labor die Kosteneinsparung relativieren. Indirekt förderlich für die Zunahme der Titananwendungen in der Zahnmedizin war sicherlich der steigende Goldpreis seit den 70er Jahren (Andre et al., 1997).

Bestimmte positive Eigenschaften des Titans bedingen jedoch gleichzeitig eine Vielzahl von Problemen und Schwierigkeiten bei der Verarbeitung dieses Metalls (Fritzscheier und Steffens, 1992; Okabe und Hero, 1995), wodurch Zweifel bezüglich des uneingeschränkten Einsatzes begründet sind.

Die äußerst geringe spezifische Wärmeleitfähigkeit in Kombination mit einer hohen Zähigkeit führt dazu, dass das Ausarbeiten der Gussobjekte schwieriger und zeitraubender als bei herkömmlichen Edelmetalllegierungen ist (Andre et al., 1997). Neben einer besonders starken Hitzeentwicklung kommt es dabei gleichzeitig zu einer stark verminderten Wärmeabfuhr (Kantzow, 1997). Titan muss deshalb unter ausreichender Kühlung, mit geringem Anpressdruck und niedriger Drehzahl bearbeitet werden. Einem möglichen Verschmieren des Metalls durch das Werkzeug kann so vorgebeugt werden (Stoll et al., 1991).

Ein weiteres Problem stellt der im Vergleich zu Nichtedelmetalllegierungen etwa nur halb so große Elastizitätsmodul des Titans dar. Dieser muss bei der Gerüstgestaltung und -dimensionierung, insbesondere bei herausnehmbarem sowie keramikverblendetem Zahnersatz, berücksichtigt werden (Strietzel, 1998).

Um das Titan in der Zahnmedizin universell einsetzen zu können, ist die gusstechnische Verarbeitung unumgänglich. Dieses Verfahren weist für Titan gegenüber konventionellen Dentallegierungen einige Besonderheiten auf. Verschiedene Eigenschaften, vor allem die hohe chemische Reaktivität vorwiegend gegenüber den Elementen Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff (Berg et al., 1995), die niedrige Dichte und der hohe Schmelzpunkt, machen den Titanpräzisionsguss schwierig (Bessing und Bergman, 1992). Ohne abgestimmtes Gießsystem reagiert das Titan heftig und nahezu unkontrolliert mit der Einbettmasse, dem Gusstiegel sowie mit der umgebenden Atmosphäre (Ferenczi et al., 1998). Es kommt zur Ausbildung einer chemisch, physikalisch und strukturell veränderten Oberflächenschicht, die als α -case bezeichnet wird. Sie ist durch eine erhöhte Härte, Sprödigkeit und Inhomogenität, durch Einschlüsse aus der Einbettmasse und durch eine unerwünschte Farbe gekennzeichnet (Pröbster et al., 1991). Aus diesen Gründen war es erforderlich, spezielle Gussverfahren zu entwickeln, welche die Besonderheiten des Titans berücksichtigen. Infolge der hohen Reaktivität muss der Gussvorgang als Vakuum-Druckguss unter Argon-Schutzgas erfolgen. Das Schmelzen erfolgt im Lichtbogen oder Elektronenstrahl (Hopp, 1997). Zum Schutz vor Reaktionen der Schmelze mit dem Schmelztiegel wird das so genannte Skull-Melting-Verfahren angewandt. Um Reaktionen mit den Einbettmassen zu verhindern, werden beim Titanguss spezielle, reaktionsträge Massen verwendet (Meyer und Lüthy, 1995). Diese enthalten Refraktäroxide, wie zum Beispiel Magnesiumoxid, Zirkoniumoxid und Aluminiumoxid.

Dank all dieser Entwicklungen kann die α -case zwar nicht vollständig vermieden, aber weitestgehend minimiert werden. Es entstehen lediglich 20-25 μm dünne, sauerstoffangereicherte Randschichten und davon in die Tiefe gehende, sauerstoffhaltige Kristallite.

Eine Randaufhärtung reicht jedoch 70 bis 80 μm in die Tiefe des Metalls (Lenz et al., 2000). Bei systemkonformem Vorgehen hat die dentale Titan-Gusstechnologie einen hohen und ausgereiften Entwicklungsstand erreicht und ist nahezu problemlos anwendbar (Geis-Gerstdorfer, 2003). Die Mehrzahl der heute durchgeführten Titangüsse sind erfolgreich zu bewerten (Au et al., 2000; Da Silva et al., 2000).

Titan als metallischer Werkstoff besitzt optisch keine Ähnlichkeit mit den natürlichen Zähnen. Die Farbe ist so ungünstig, dass es als Kronen- und Füllungswerkstoff im sichtbaren Bereich von vornherein ausscheidet (Wirz, 1990). Um dennoch den ästhetischen Ansprüchen in der konservierenden und prothetischen Zahnheilkunde gerecht zu werden, ist eine Verblendung des Metalls zwingend notwendig. Diese kann prinzipiell mit Kunststoffen oder mit keramischen Materialien erfolgen. Bei den Kunststoffen sind grundsätzlich alle modernen Verbundsysteme anwendbar (Pröbster et al., 1991; Göbel und Welker, 2003). Deshalb sehen einige Autoren in dieser Art der Verblendung eine sichere Alternative zur Keramikverblendung des Titans (Rammelsberg et al., 1998). Diese Ansicht wird durch aktuelle Untersuchungen unterstützt, in denen über erfolgreiche Ergebnisse bei der Titan-Kunststoff-Verblendung berichtet wird (Behr et al., 2003; Yanagida et al., 2003). Allerdings muss die Langzeitbewährung bezüglich Randspaltbildung, Verfärbung, mangelnder Abrasionsstabilität und Quellung weiterhin sehr kritisch betrachtet werden, auch wenn in den letzten Jahren enorme Verbesserungen bei Verblendkunststoffen erzielt werden konnten (Wirz, 1997; Rzanny et al., 2003). Zusätzliche, bei Kunststoffen immer wieder auftretende Probleme sind eine erhöhte Plaqueakkumulation sowie eine Irritation gingivabedeckter Bereiche (Eichner, 1979).

Aus diesen Gründen und wegen der hervorragenden ästhetischen Eigenschaften sollte eine Verblendung des Titans mit keramischen Massen angestrebt werden. Aufgrund einer Vielzahl noch nicht vollständig gelöster Probleme, stellt sie allerdings bis heute eine besondere werkstoffwissenschaftliche Herausforderung dar. Die größten Schwierigkeiten bereiten der kleine Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK), die Umwandlung der Gitterstruktur sowie die hohe Reaktivität des Titans, insbesondere zum Sauerstoff (Koke et al., 2003). Diese Besonderheiten sollen im Folgenden näher betrachtet werden.

Der WAK des Titans liegt deutlich unter dem herkömmlicher Edel- und Nichtedelmetalllegierungen. Er wird in der Literatur sehr unterschiedlich angegeben ($8,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bis $10,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) (Kimura et al., 1990a; Akagi et al., 1992). In einer aktuellen Veröffentlichung wird für gegossenes Titan ein Wert von etwa $8,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ angeführt (Low et al.,

2001). Für einen sicheren Metall-Keramik-Verbund wird gefordert, dass 1. der WAK der Legierung höher sein soll als derjenige der Keramik und 2. die Differenz der WAKen von Legierung und Keramik den Wert von $2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ nicht überschreiten darf. Aus diesen Gründen können keine konventionellen Verblendkeramikmassen mit einem WAK zwischen $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ verwendet werden. Stattdessen muss der Wert der Keramik dem des Titans angepasst werden. Dentalkeramiken mit einem WAK kleiner als $8,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ sind für eine Titanverblendung geeignet (Low et al., 2001). Um diesen Wert zu erreichen, muss die Zusammensetzung der titankeramischen Massen gegenüber denen für konventionelle Legierungen verändert werden. Die kristalline Phase enthält kein oder nur sehr wenig Leuzit. Stattdessen sind andere Bestandteile, zum Beispiel Aluminium-, Zirkonium- und Zinnoxide, zugesetzt (Yilmaz et al., 1999). Ein begrenzter Austausch von Siliziumdioxid-Partikeln aus der Glasmatrix gegen Netzbildner mit kleinerem WAK, wie zum Beispiel Boroxid, bewirkt eine weitere Erniedrigung des WAK der Keramik (Tinschert et al., 1995).

Die Kristallographie des Titans, welche durch einen allotropen Gitterumwandlungspunkt gekennzeichnet ist, verursacht weitere Schwierigkeiten bei der keramischen Verblendung. Die Literaturangaben zur Umwandlungstemperatur schwanken zwischen 882°C und 889°C (Togaya et al., 1983; Marx und Baumann, 1992). Unterhalb dieser Temperatur liegt die hexagonale α -Phase vor, oberhalb die kubisch-raumzentrierte β -Phase (Päßler, 1998). Diese Strukturänderung geht mit einem erheblichen Wandel der physikalischen Eigenschaften einher. Es kommt zu einer Zunahme der Härte und Sprödigkeit sowie zu Veränderungen des Volumens (Geis-Gerstdorfer, 2003). Das β -Gefüge ist qualitätsvermindert und unbrauchbar (Wirz, 1998). Konventionelle Dentalkeramiken haben eine Sintertemperatur von etwa 950°C und sind auch aus diesem Grund für die Keramikverblendung des Titans ungeeignet (Wang et al., 1999). Um die Strukturumwandlung beim Keramikbrand zu verhindern, muss die Brenntemperatur der Keramik auf unter 880°C abgesenkt werden. Die zurzeit auf dem Markt angebotenen, so genannten niedrigschmelzenden Keramiken haben Brenntemperaturen von unter 800°C . Beim Einsatz dieser speziellen Massen wird der problematische Transformationspunkt nicht tangiert und stattdessen eine Dimensions- und Oberflächenstabilität des Titans erreicht. Die Herabsetzung der Sintertemperatur wird technisch dadurch erzielt, dass der Anteil an Flussmittel, insbesondere Natriumoxid vergrößert und der Anteil von Aluminiumoxid reduziert wird (Tinschert et al., 1995; Yilmaz et al., 1999).

Durch die hohe Sauerstoffaffinität kommt es insbesondere beim Sintern der Keramik zur Ausbildung einer massiven Oxidschicht. Da bei deren Formierung Energie frei wird, sind diese Oxide thermodynamisch stabil (Korhonen und Kivilathi, 1998; Wehnert et al., 1998). Schon eine geringe Menge Sauerstoff führt dabei zu erheblichen Änderungen der Eigenschaften des Titans. Es kommt zu einer Zunahme der Härte und Sprödigkeit sowie zu einer Abnahme der Duktilität. Durch molekulare Simulationsrechnungen erstellte grafische Darstellungen zeigen, dass diese Oxidschichten im kristallographischen Aufbau erheblich gestörte Gitterstrukturen aufweisen (Wehnert et al., 1998). Der Sauerstofflieferant für diese Oxidationen wird in den keramischen Massen, vorwiegend im Siliziumdioxid, vermutet. Die entsprechenden Reaktionen zwischen Metall und Keramik laufen möglicherweise auch nach Abschluss des keramischen Brennvorgangs ab und können so zu nachlassenden Haftfestigkeitswerten führen (Moormann, 1993; Wehnert et al., 1998). Untersuchungen zur chemischen Verbundfestigkeit der Oxidschichten gegenüber dem Grundmaterial zeigen, dass keine ausreichende Haftung zum Titan vorliegt (Adachi et al., 1990). Ursache hierfür sind unter anderem die Porosität und die internen Spannungen innerhalb dieser Schichten (Wang et al., 1999). Es wird deshalb angenommen, dass diese Oxide die anfälligste Stelle im Titan-Keramik-Verbund sind und somit die Zone des Verbundversagens darstellen (Kimura et al., 1990b; Wang et al., 1997; Wang und Fung, 1997; Wehnert et al., 1998). Die massive Oxidschicht stellt somit eine Art Sollbruchstelle im Verbund dar (Bischoff, 1997). Wesentlich ist, dass die Oxidationsrate des Titans mit steigenden Temperaturen exponentiell zunimmt (Hautaniemi et al., 1992a; Wang und Fung, 1997; Wang et al., 1999). Die Absenkung der Sintertemperatur, zur Vermeidung der Gitterumwandlung, wirkt deshalb gleichzeitig einer überschießenden Oxidation entgegen.

Der eigentliche Haftmechanismus zwischen Titan und Keramik ist wie der Verbund zwischen konventionellen Legierungen und keramischen Massen noch nicht vollständig geklärt. Es werden drei Haftkomponenten diskutiert: 1. die mikromechanische Retention, 2. die Bindung durch Adhäsion (van der Waalsche Kräfte) und 3. chemische Bindungen. Eine mechanische Verbindung entsteht durch das Eindringen der keramischen Masse in Oberflächenvertiefungen, Unterhöhlungen und offene Poren. Dabei wird die Größe der entstehenden Bindungsenergie im Wesentlichen durch die Anzahl so genannter Ankerpunkte der wirksamen Oberfläche bestimmt (Petzold und Pöschmann, 1986).

Van der Waalsche Kräfte sind Dispersionskräfte und treten zwischen Molekülen auf, welche durch eine Asymmetrie oder durch eine bestimmte Elektronenkonfiguration Dipolcharakter aufweisen. Es kommt zu Wechselwirkungen in Form von elektrostatischen Anziehungen (Petzold und Pöschmann, 1986).

Für den chemischen Bindungsmechanismus sorgt eine sich bildende Oxidschicht, welche auch als Haftoxidschicht bezeichnet wird. Ein sich bildendes positives Metall-Ion ist über eine Metallbindung an der Oberfläche gebunden. Das nach Aufnahme freier Elektronen negativ geladene Sauerstoff-Ion ist durch Ionenbindung mit dem entsprechenden Metall-Ion verknüpft. Es kann sich so eine Ionenbindung zwischen Sauerstoff- und Silizium-Ion ausbilden (Freesmeyer und Lindemann, 1982).

Bei der Betrachtung dieser Bindungstheorien muss beachtet werden, dass keiner dieser Bindungstypen allein wirkt, stattdessen tragen alle drei Mechanismen zur Gesamtbindung bei (Eichner, 1997).

Die Besonderheiten und Schwierigkeiten der Keramikverblendung des Titans erfordern zwingend eine weitere Auseinandersetzung mit dieser Problematik und begründen gleichzeitig die Vielzahl der dazu bereits durchgeführten wissenschaftlichen Untersuchungen. Anders als bei der Einführung der konventionellen Keramiksysteme, Anfang bis Mitte der 60er Jahre, bestehen heute jedoch Vergleichsmöglichkeiten zu ausgereiften, den Stand des Wissens markierenden Technologien. Sie legen einen hohen Qualitätsstandard für die Titan-Keramik-Systeme fest, welche ohne Kompromisse an Ästhetik, Festigkeit oder Hydrolysebeständigkeit auskommen müssen (Bischoff, 1997). Die gegenüber herkömmlichen metallkeramischen Systemen geringere Verbundfestigkeit stellt die Hauptursache für die vermehrten Defektraten von Titan-Keramik-Verblendungen dar. Die Probleme der Gitterumwandlung und des niedrigen WAK konnten dabei weitestgehend gelöst werden. Demgegenüber stellt die starke Reaktivität des Titans noch immer eine besondere Herausforderung bei der keramischen Verblendung dar. Ziel muss es sein, die Oxidation insbesondere während des Keramikbrandes zu kontrollieren und zu reduzieren. Im Folgenden werden deshalb aktuelle Methoden und Maßnahmen aufgeführt, mit denen versucht wird, vor allem diese Forderung umzusetzen. Aktuelle Lösungsansätze zur Verbesserung der Verbundfestigkeit Titan/Keramik betreffen dabei die keramischen Massen, die Titanoberfläche und die Atmosphäre im Brennofen.

1. Keramik: Die Anwendung spezieller, keramischer Bondermassen trägt dazu bei, die unkontrollierte Oxidation des Titans zu verhindern. Die ersten Entwicklungen begannen in

den Jahren 1992 bis 1994 (Rinke und Hüls, 1998). Den Keramikmassen wurden Reduktionsmittel zur Einschränkung der Oxidation zugegeben, wodurch die Titanoberfläche nach dem Bonderbrand vor weiterer Sauerstoffaufnahme und -versprödung geschützt wird. Neben „benetzungsfördernden“ Eigenschaften werben die Hersteller mit „verbundverbessernden Einflüssen“ dieser Bondermassen. Diese Aussagen werden durch aktuelle Untersuchungen bestätigt (Atsü und Berksun, 2000).

Eine Verbesserung der Verbundes zwischen Titan und Keramik kann ebenso durch die gezielte Veränderung des Bariumgehaltes der keramischen Massen erreicht werden. In einer zurückliegenden Untersuchung wurde eine kommerziell, bariumfreie titankeramische Masse durch Zugabe von Barium individuell modifiziert. Dabei war eine Zunahme der Verbundfestigkeit zum Titan mit steigendem Bariumgehalt nachweisbar (Oka et al., 1996).

2. Atmosphäre im Brennofen: Das Aufsintern der Keramik im Vakuum stellt heute das Standardverfahren bei der Verblendung des Titans dar und ist Voraussetzung für einen guten Verbund (Hautaniemi et al., 1992b). In einigen Studien wurde versucht, die bisherigen Ergebnisse durch eine Argon-Schutzgasatmosphäre weiter zu verbessern. Die Resultate waren dabei sehr verschieden. In einer dieser Untersuchungen konnte eine Zunahme der Haftfestigkeit festgestellt werden (Geis-Gerstdorfer et al., 1994). Andere Ergebnisse zeigten, dass der Einfluss auf die Verbundfestigkeit nur untergeordnet ist und nicht immer zu Verbesserungen führt (Rinke et al., 1996; Atsü und Berksun, 2000).

3. Titanoberfläche: Vielversprechende Versuche, die massive Oxidation des Titans während des Keramikbrandes zu minimieren, zielen auf eine Veränderung der Titanoberfläche. Ein wichtiges Verfahren ist die so genannte Ionenimplantation. Dabei werden Ionen im Vakuum in einem gerichteten elektrischen Feld beschleunigt und auf die Titanoberfläche gelenkt. Sie dringen in das Kristallgefüge des Metalls ein und kommen infolge des Verlustes ihrer kinetischen Energie statistisch verteilt zur Ruhe. Bei der Verwendung von Silizium-Ionen bildet sich so eine oberflächliche Silizium-Titan-Durchdringungszone aus, die mehrere hundert Nanometer misst. Diese weist im Vergleich zum konventionellen Titan veränderte thermodynamische Eigenschaften im Sinne einer Passivierung auf. Infolge dessen reduziert sich die Oxidation des Titans während des keramischen Brennvorgangs um den Faktor 10. Nach Meinung der Autoren ist dies ein geeignetes Verfahren, um den Titan-Keramik-Verbund zu stabilisieren (Wehnert et al., 1998).

Das Aufbringen von Zwischenschichten stellt eine weitere Möglichkeit dar, die Titanoberfläche zur Verringerung der Oxidationsneigung zu modifizieren. Das Ionenstrahlmischverfahren dient zur Formierung von Siliziumnitridschichten (Si_3N_4). Die hierzu in der Literatur angegebenen Ergebnisse differieren allerdings deutlich. Einige Studien erzielten deutliche Verbesserungen im Titan-Keramik-Verbund, teilweise mit einer 6-fachen Steigerung der Verbundfestigkeit (Monteiro und Miyase, 1997; Wang et al., 1999). Andere Untersuchungen zeigten dagegen zwar eine geringere Oxidation des Titans (Oshida und Hashem, 1993), allerdings konnten keine Verbesserungen der Verbundfestigkeit zur Keramik festgestellt werden (Oshida et al., 1997).

Modifizierte Titanoberflächen können auch durch Nutzung der Lasertechnologie erreicht werden. In einer Studie wurde die Reintitanoberfläche durch Aufbrennen mit einer Suspension von keramischen Massen mittels Laser konditioniert. Obwohl keine besseren Verbundfestigkeitswerte festzustellen waren, ist die Laserkonditionierung von Titanoberflächen nach Meinung der Autoren weiter entwicklungsfähig (Arlom, 1998).

Ein besonderes Augenmerk verdient das gegossene Titangerüst. Die beim Gussvorgang entstehende α -case weist eine reduzierte Haftung zu den keramischen Massen auf. Es ist daher notwendig, diese Reaktionsschicht möglichst zu unterbinden, beziehungsweise vollständig zu entfernen (Tesch et al., 1993; Klapper und Gehre, 1998). Die schon beschriebenen reaktionsträgen Einbettmassen können deren Formierung noch nicht vollständig unterbinden. Um einen verbesserten Verbund zu erzielen wird deshalb gefordert, diese Randschichten zu entfernen (Böning und Walter, 1991; Derand und Hero, 1992; Persson und Bergman, 1996). Es darf aber dabei zu keinen Änderungen in der Dimension und damit der Passfähigkeit der zahnmedizinischen Restaurationen kommen. Weit verbreitet und von den Herstellern empfohlen ist die Anwendung von Strahlverfahren, insbesondere mit Edelmetallkorund. Dabei werden neben der ausreichenden Entfernung der Reaktionsschicht die Metalloberflächen zusätzlich aufgeraut und damit Ankerpunkte für die Keramik geschaffen.

Die vorliegende Studie verfolgt das Ziel, bewährte Methoden, aber auch neue Ideen zur Verbesserung des Titan-Keramik-Verbundes durch *In-vitro*-Versuche zu beurteilen. Dazu werden die Verbundcharakteristiken beschrieben und Veränderungen der Mikrostruktur sowie eventuell auftretende Grenzflächenreaktionen erfasst. Mit Hilfe von Alterungsverfahren können die im Labor durchgeführten Versuche den Praxisbedingungen

angenähert und bessere Aussagen zur vermutlichen klinischen Bewährung getroffen werden.

Mit der TRICERAM- und der VITA-Titan-Keramik befinden sich zwei aktuell auf dem Markt befindliche Systeme im Mittelpunkt der Untersuchungen. Für beide Keramiken stehen reduzierende Bondermassen zur Verfügung.

Durch die Anwendung von zwei unterschiedlichen Strahlverfahren, die beide in der täglichen Praxis einfach einzusetzen sind, können verschiedene Oberflächenmodifikationen des Titans erreicht werden. Neben dem konventionellen Strahlen mit abrasivem Edelmetall wird zusätzlich ein Kugelstrahlverfahren (Verdichtungsstrahlen, Verfestigungsstrahlen, „Shot peening“) verwendet. Dieses führt durch lokale elastisch-plastische Deformationen zu Modifikationen der randnahen Werkstoffschichten des Titans. Es kommt zur Verfestigung der Werkstoffoberfläche, zu Druckeigenspannungen in der Werkstoffrandschicht und gleichzeitig zur Einebnung der Titanoberfläche (Schiffner, 2001). Diese Veränderungen begründen die Vermutung, mit diesem Verfahren die Oxidationsneigung des Titans verringern und somit die Verbundfestigkeit zwischen Titan und Keramik verbessern zu können. Außerdem kann die Bedeutung der mechanischen Verbundkomponente für die Titan-Keramik-Verblendung eingeschätzt werden, denn nach der Anwendung des Kugelstrahlens nimmt die Anzahl der Ankerpunkte deutlich ab.

Durch Vergleiche der Ergebnisse mit denen vorangegangenen Arbeiten sollen Verbesserungen aber auch eventuell noch vorhandene Schwächen aufgezeigt werden. Dadurch wird es möglich sein, Empfehlungen zu geben, die in die Entwicklung neuer Systeme eingebracht werden können, denn nur wenige Autoren bezeichnen den Titan-Keramik-Verbund als sicher und dem konventionellen Metall-Keramik-Verbund ebenbürtig (Bergman et al., 1999; Geis-Gerstdorfer, 2003). Eine Weiterentwicklung und Optimierung ist daher notwendig.

3 Zielstellung

Im internationalen Schrifttum findet sich eine Vielzahl von Studien zur Thematik des Titan-Keramik-Verbundes. Die neuesten Entwicklungen der Keramikhersteller sind bisher allerdings nur spärlich wissenschaftlich untersucht worden. Ebenso sind die Methoden, die in den verschiedenen Arbeiten zur Oberflächenkonditionierung des Titans für die Keramikverblendung vorgeschlagen werden, häufig in der täglichen Praxis schwierig umzusetzen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit soll es deshalb sein, zwei aktuell auf dem Markt angebotene Titan-Keramik-Systeme einander gegenüberzustellen und dabei insbesondere deren mechanischen Eigenschaften sowie ihre spezifischen Bruchcharakteristika zu untersuchen. Neben dem Strahlen mit Edelmetall wird bei der Konditionierung des Titans das technisch ebenso einfach anwendbare Kugelstrahlen mit α -OKM berücksichtigt.

Entsprechend den Vorgaben zum Metall-Keramik-Verbund hergestellte Prüfkörper (DIN EN ISO 9693) sind die Grundlage dieser *In-vitro*-Untersuchungen. Ein thermozyklisches Alterungsverfahren sichert möglichst praxisnahe Bedingungen, angenähert dem Milieu in der Mundhöhle.

Zunächst sollen die Strahlmittel, die Einbettmasse sowie die Bonder- und Opakermassen, als die für den Verbund wesentlichsten Komponenten, bezüglich ihrer qualitativen und quantitativen Zusammensetzung analysiert werden.

Durch die Bestimmung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeitswerte können wesentliche Aussagen zur Verbundfestigkeit zwischen Titan und Keramik sowie zur Praxistauglichkeit der jeweiligen Systeme getroffen werden. Die Bruchversuche sind gleichzeitig Basis für makroskopische und rasterelektronenmikroskopische sowie mikroanalytische Untersuchungen des Bruches. Ziel ist es, die schwächste Stelle im Verbund und damit die Zone des Verbundversagens zu ermitteln. Mit Hilfe von Mikrohärteprüfungen und Messungen zum relativen Sauerstoffgehalt im Titan sollen mögliche Grenzflächenreaktionen im Interfacebereich Titan/Keramik aufgezeigt werden. Die röntgenmikroanalytische Charakterisierung der konditionierten Titanoberflächen gibt Aufschluss über den Bedeckungsgrad durch die verwendeten Strahlpartikel.

4 Material und Methode

4.1 Untersuchte Werkstoffe

Für die Untersuchungen wurde unlegiertes Titan, BIOTAN 1 (SCHÜTZ-DENTAL), verwendet. Nach DIN 17850 (Anonymus, 1990) wird es als Titan Grad 1 bezeichnet und weist folgende Zusammensetzung (Masse %) auf:

max. 0,12	Sauerstoff
max. 0,05	Stickstoff
max. 0,06	Kohlenstoff
max. 0,013	Wasserstoff
max. 0,15	Eisen
Rest	Titan

Als keramische Komponente dienten die TRICERAM-Titan-Keramik (ESPRIDENT) und die VITA-Titan-Keramik (VITA), zwei in jüngerer Zeit in die Praxis eingeführte beziehungsweise modifizierte Systeme. Beide Firmen stellten einem Test-Kit zur Verfügung, welcher alle Materialien, die zur Prüfkörperherstellung nach DIN EN ISO 9693 (Anonymus, 2000) notwendig sind, enthielt.

Vom TRICERAM-Titan-Keramik-System (im Folgenden stets TRICERAM bezeichnet) wurden folgende Materialien eingesetzt:

- Haftbinder (pulverförmig)
- Opaker (pulverförmig)
- Dentinmasse (pulverförmig, Farbe A3)
- Opakerflüssigkeit (zum Anmischen von Binder und Opaker) sowie
- Modellierflüssigkeit (zum Anmischen der Dentinmasse)

Das VITA-Titan-Keramik-Sortiment (im Folgenden stets VITA bezeichnet) beinhaltete:

- Binder (pastenförmig)
- Opaker (pulverförmig)
- Dentinmasse (pulverförmig, Farbe A3)
- Opakerflüssigkeit (zum Anmischen des Opakers) sowie
- Modellierflüssigkeit (zum Anmischen der Dentinmasse)

4.2 Präparative Methoden

4.2.1 Normative Grundlage der Prüfkörperherstellung

Die Herstellung der Prüfkörper erfolgte nach den Vorgaben der DIN EN ISO 9693 (Anonymus, 2000) zum Metall-Keramik-Verbund. Einen Überblick über den Aufbau und die Abmessungen zeigt die Abbildung 1.

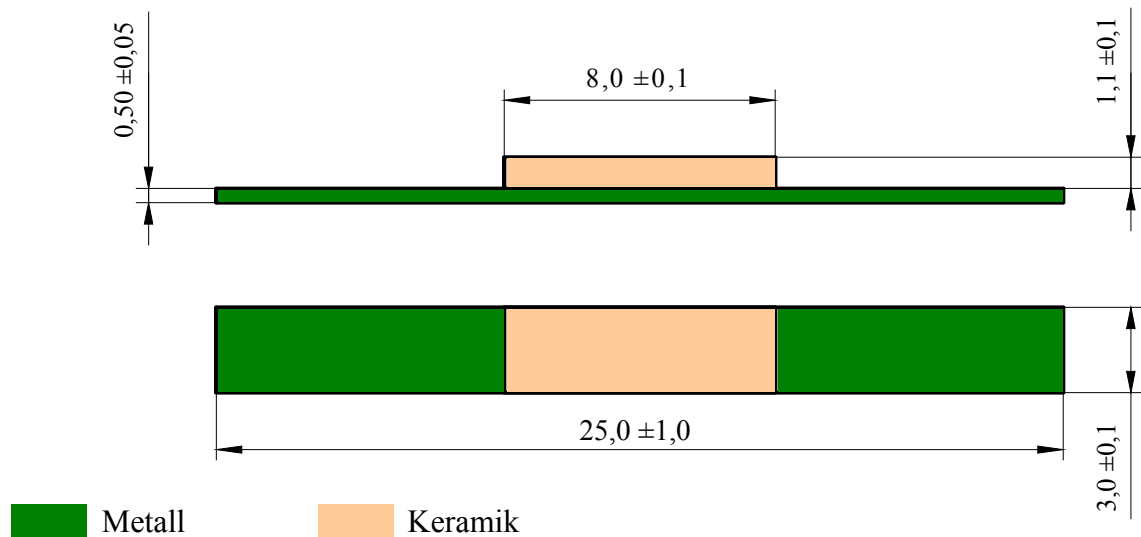


Abb. 1: Prüfkörper nach DIN EN ISO 9693 (Maßangaben in mm)

4.2.2 Herstellung der Titanprüfkörper

Die Herstellung der metallischen Prüfkörperkomponente erfolgte im Gussverfahren. Dazu wurde 0,5 mm dickes Plattenwachs (BEGO) mittels Skalpell in 30 mm lange und 3 mm breite Streifen geschnitten. Anschließend wurden die Wachsstreifen an einen Gussmuldenformer ringförmig angestiftet und in „BIOTAN-Spezial-Spinell-Einbettmasse für Kronen- und Brücken aus Titan“ (SCHÜTZ-DENTAL) eingebettet. Dabei handelt es sich um eine magnesiumgebundene, reaktionsträge Einbettmasse.

Der Guss erfolgte mit einer BIOTAN-Gießanlage (SCHÜTZ-DENTAL). Nach dem Ausbetten und Abtrennen der Prüfkörper vom Gussmuldenformer, wurden die Gussrohlinge im Ultraschallbad so lange gereinigt, bis makroskopisch keine Einbettmassereste mehr sichtbar waren (ca. 15 min).

Eine Nummerierung der verwendeten Prüfkörper sowie die Dokumentation der mit Hilfe eines digitalen Messschiebers ermittelten Maße erleichterte die spätere Zuordnung zu den Versuchsreihen.

4.2.3 Konditionierung der Titanprüfkörper für die Keramikverblendung

Die Konditionierung der Titanoberflächen für die Verblendung mit den keramischen Massen erfolgte nach zwei verschiedenen Methoden. Im ersten Verfahren wurde das Titan rein abrasiv mit Edelkorund der mittleren Korngröße 250 μm (Abb. 2) gestrahlt. Dies erfolgte im Winkel von 45° zur Titanoberfläche, bei einem Druck von 2,5 bar, mit dem Rocatector (3M ESPE), einem Strahlgerät mit Griffelstrahler. Dabei war eine Vorrichtung, welche bei mittiger Justierung der Prüfkörper einen definierten Bereich von 10 mm Länge in vollständiger Breite des Prüfkörpers vom Strahlgut erfassen lässt, sehr hilfreich. Als Kriterium für die festgelegte Strahldauer von 30 s galt das Ende des Funkenschlags.

In einem zweiten Konditionierungsverfahren wurden die Titanoberflächen ebenfalls wie oben beschrieben mit Edelkorund vorbehandelt, anschließend jedoch zusätzlich mit einem Kugelstrahlverfahren weiterbearbeitet. Beim Strahlgut handelt es sich um im Mittel 50 μm große, kugelförmige Alpha-OKM-Partikel (SCHÜTZ-DENTAL) auf der Basis von Zirkoniumdioxid (Abb. 3). Im Folgenden wird dieses Strahlmittel stets α -OKM bezeichnet. Das Strahlen erfolgte mit dem Strahlgerät Multipoint 2000-S (SCHÜTZ-DENTAL) im Winkel von 45° zur Titanoberfläche mit 4 bar über 10 s.

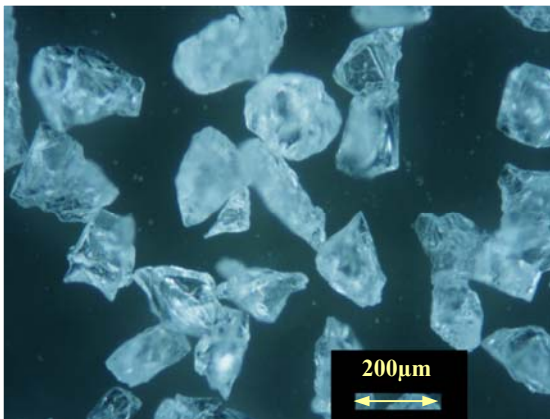


Abb. 2: Mikroaufnahme Edelkorund

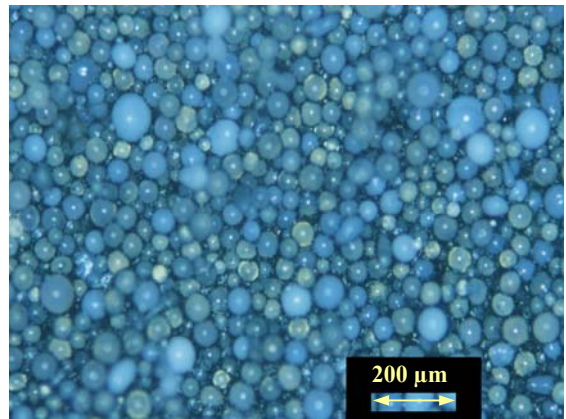


Abb. 3: Mikroaufnahme α -OKM

4.2.4 Auftragen der keramischen Massen

Nach der Oberflächenkonditionierung des Titans, einer anschließenden Pause von 10 bis 15 Minuten zur Passivierung des Metalls sowie der Reinigung mit dem Wasserstrahl wurde mit dem Auftragen und Aufbrennen der keramischen Massen begonnen. Der Keramikbrand erfolgte nach den Vorgaben der Hersteller im Brennofen Austromat 3001 (DEKEMA) unter Einhaltung der DIN-Vorschriften in folgender Reihenfolge: Bonderbrand, 1. und 2. Opakerbrand, Dentinmassenbrand, Korrekturbrand und Glanzbrand. Die Brenntabellen der verwendeten Keramiksysteeme finden sich in Anlage 1.

Während der TRICERAM-Bonder in der klassischen Art und Weise durch Mischen von Pulverbonder und Opakerflüssigkeit verwendet wurde, stand für das VITA-Titan-Keramik-System ein gebrauchsfertiger Pastenbonder zur Verfügung. Das Auftragen der Massen erfolgte mit einem Glasspatel mittig auf den Titanplättchen auf einer Fläche von 8 x 3 mm.

Die Opakermasse musste bei beiden Keramiksyste men durch Mischen von Opakerpulver und -flüssigkeit hergestellt werden. Anschließend wurde sie mit einem Glasinstrument in gleicher Ausdehnung wie die Bondermassen aufgetragen und gebrannt. Dieser Vorgang wurde anschließend wiederholt.

Mit der Modellierflüssigkeit angerührte Dentinkeramikmassen wurden mit einem dünnen Pinsel aufgetragen. Beim Aufbringen der Massen gewährleistete eine selbstkonstruierte Vorrichtung das Einhalten der geforderten Dimensionen. Zwischen zwei 1 mm starken Metallplatten, von denen die obere eine 8 x 3 mm große Aussparung aufwies, wurden die Prüfkörper mittig eingespannt. Der entstandene Hohlraum wurde mit Dentinmasse ausgefüllt, und die Überschüsse durch Abziehen mit einer planparallelen Kunststoffplatte entfernt. Nach dem ersten Dentinmassebrand war aufgrund der Schrumpfung eine Korrektur notwendig, so wie es auch in der DIN 9693 EN ISO 9693 (Anonymus, 2000) empfohlen wird.

Den Abschluss der Keramikverblendung bildete der Glanzbrand, der bei der TRICERAM- im Gegensatz zur VITA-Titan-Keramik unter Luftatmosphäre durchgeführt wurde.

4.2.5 Alterung der Verbundprüfkörper

Zur Simulation praxisrelevanter Bedingungen wurde der Einfluss eines thermozyklischen Alterungsverfahrens auf die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit untersucht. Bei beiden Titan-Keramik-Verbundsystemen wurde die Hälfte der gesamten Prüfkörperanzahl 25.000 Temperaturlastwechseln zwischen 5 und 55 °C ausgesetzt, welche mit einem Thermocycler (WILLITEC) erzeugt wurden. Die Temperaturdifferenz (ΔT) beträgt somit 50 K. Die Verweildauer der Prüfkörper im entsprechenden Wasserbad betrug jeweils 15 s.

4.2.6 Herstellung der Querschliffe

Einbettung, Schliff und Politur der Titan-Keramik-Verbundprüfkörper

Die zu untersuchenden Proben wurden zunächst in Epoxidharz eingebettet und nach dessen Aushärtungszeit von etwa 24 h im Nassschleifgerät DAP V (STRUERS) mit SiC-Papier der Körnungen 220, 500 und 1200 grob- und feingeschliffen. Der Materialabtrag einer

Prüfkörperseitenkante betrug insgesamt etwa 1 mm. Die sich anschließende Politur nach MÜLLER (Leistner, 1988) erfolgte mit der feinteiligen SiO₂-Suspension OP-S (STRUERS) unter Zusatz von Wasserstoffperoxid, Salpetersäure und Flußsäure (260 ml OP-S, 40 ml H₂O₂, 1 ml HNO₃, 0,5 ml HF). Die Polierzeit betrug 12 min, bei kleiner werdendem Anpressdruck. Die Prüfkörper wurden danach mit destilliertem Wasser gewaschen, getrocknet und mit Ethanol entfettet.

Ätzung der Querschliffe

An ausgesuchten Verbund-Prüfkörperquerschliffen wurde die Farbätzung nach WECK für Titan und Titanlegierungen durchgeführt (Weck und Leistner, 1986). Die Ätzlösung hat folgende Zusammensetzung: 100,0 ml dest. Wasser

50,0 ml Ethanol 96%ig

2,0 g Ammoniumhydrogendifluorid

4.2.7 Präparation der Proben für die Rasterelektronenmikroskopie

Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden die Proben mit Kohlenstoffkleber auf einem zylindrischen Aluminium-Objektträger befestigt und anschließend mit Kohlenstoff bedampft.

Die für den Verbund wesentlichen Werkstoffe (Einbettmasse, Strahlmittel, Bonder- und Opakermassen) wurden mittels Röntgenmikroanalyse auf ihre chemische Zusammensetzung untersucht. Dazu wurden die Strahlmittel Edelmetall und α -OKM sowie die Einbettmasse als Pulver auf den Objektträgern aufgebracht.

TRICERAM-Bonder, TRICERAM-Opaker, VITA-Bonder und VITA-Opaker wurden separat auf Platinfolie gebrannt und mit dieser im Verbund auf Objektträgern befestigt.

Zur Analyse der konditionierten Titanoberflächen wurden gestrahlte Titanprüfkörper flach auf den Objektträgern befestigt und in Aufsicht untersucht.

Für die Charakterisierung des Verbundes dienten ungeätzte Querschliffe fertiger Verbundprüfkörper, welche ebenso auf den Objektträgern befestigt wurden.

Einen Schwerpunkt stellte die Untersuchung der Bruchflächen dar. Dafür wurden zum einen die Bruchflächen vollständig gebrochener Prüfkörperhälften einzeln, flach auf den Objektträger befestigt und untersucht. Zum anderen erfolgten Untersuchungen an ungeätzten Querschliffen von unvollständig gebrochenen Verbundprüfkörpern, wozu die Schliffe auf den Objektträgern aufgebracht wurden.

4.3 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften

4.3.1 Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02)

Um die Einflüsse der Oberflächenkonditionierung, der keramischen Massen sowie der Brennbedingungen während des Keramikbrandes auf die Mikrostruktur des Titans beschreiben zu können, wurde die Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02) mit der Mikrohärtprüfeinrichtung H (CARL ZEISS JENA) bestimmt. Das senkrechte Auftreffen einer gleichseitigen, mit 0,196 N (20 p) belasteten Diamant-Pyramide, Flächenwinkel 136°, führt zu einem quadratischen Eindruck im zu prüfenden Material. Der Härtewert entsteht aus dem Verhältnis von wirkender Prüfkraft zur Größe der entstehenden Fläche. Die folgende Formel diene zur Berechnung (Blumenauer et al., 1994):

$$HV = 0,102 \cdot \frac{F}{A} = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin(136^\circ/2)}{d^2} \approx 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV - Härte VICKERS

A - Eindruckoberfläche

F - Prüfkraft

d - arithmetischer Mittelwert aus den gemessenen Eindruckdiagonalen

Da infolge des thermozyklischen Alterungsprozesses keine Veränderungen der Mikrostruktur des Titans zu erwarten waren, wurden ausschließlich ungealterte Proben untersucht.

Querschliffe von nicht wärmebehandelten, ausschließlich oberflächenkonditionierten Titanplättchen dienten zur Beschreibung der Auswirkungen des Gussverfahrens sowie der unterschiedlichen Strahlverfahren auf die Mikrohärte.

Die Einflüsse der Keramik und der Brennbedingungen auf die Mikrohärte des Titans wurden anhand von Querschliffen kompletter Verbundprüfkörper bestimmt. Die Seite des Prüfkörpers, welche mit Keramik verblendet ist, wird als „Keramikseite“ bezeichnet und beschreibt neben den Einflüssen des Gussvorgangs und der Oberflächenkonditionierung auch die Auswirkungen der keramischen Massen sowie der Brennbedingungen während des Keramikbrandes.

Die der Keramikseite gegenüberliegende Titanoberfläche wurde in gleicher Weise konditioniert und wird als „Luftseite“ bezeichnet. Die Mikrohärte des Titans ist hier vom Gussvorgang, von der Oberflächenkonditionierung und von den Brennbedingungen abhängig. Die keramischen Massen selbst haben keinen Einfluss.

Alle Messungen erfolgten an polierten Prüfkörperquerschliffen im Abstand von 5, 10, 20, 30, 70, 150 und 250 µm zur Titanoberfläche. Jede Messung wurde im entsprechenden Messbereich 8-fach durchgeführt.

4.3.2 Elastizitätsmodul

Die Kenntnis des Elastizitätsmoduls ist Voraussetzung für die Berechnung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit. Da infolge des thermozyklischen Alterungsverfahrens keine Veränderungen zu erwarten waren, wurden die Messungen ausschließlich an ungealterten Prüfkörpern durchgeführt. Aus jeder Versuchsreihe wurde ein Titanplättchen entnommen, welches während der Bestimmung der Bruchkraft (F_{fail}) durch den Verlust des keramischen Anteils entstanden war. Nach mittiger Positionierung in einer Drei-Punkt-Biegevorrichtung mit einer Auflageweite von 20 mm und anschließender Belastung durch eine Kraft von 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5 und 6,0 N konnte die dabei auftretende Durchbiegung abgelesen werden. Für jede untersuchte Prüfreihe wurde ein Kraft-Durchbiegungs-Diagramm im elastischen Bereich erstellt. Die Messungen wurden jeweils 3-fach wiederholt.

Zur Berechnung des E-Moduls diente die folgende Formel, welche sich aus der allgemeinen Formel zur Berechnung des E-Moduls im elastischen Bereich (Schwickerath, 1980), unter Berücksichtigung des Trägheitsmomentes für einen Quader ergibt:

$$E = \frac{1}{4} \cdot \frac{F \cdot l^3}{b \cdot f \cdot h^3}$$

E - Elastizitätsmodul

b - Breite des Prüfkörpers

F - Kraft

h - Höhe des Prüfkörpers

l - Auflageweite

f - Durchbiegung

4.3.3 Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit

In der DIN EN ISO 9693 (Anonymus, 2000) wird der Drei-Punkt-Biegeversuch nach SCHWICKERATH als Prüfverfahren für die Charakterisierung der mechanischen Stabilität des Titan-Keramik-Verbundes beschrieben. Die dort aufgeführte Bezeichnung Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit entspricht dem früher verwendeten Begriff Scher/Verbund-Festigkeit und soll im Folgenden verwendet werden.

Die Untersuchungen wurden mit der Festigkeitsprüfmaschine Tiratest 2150 (WMK CHEMNITZ) durchgeführt.

Von jeder Versuchsreihe wurden je 6 Prüfkörper mit dem Keramikteil nach unten in der Biegevorrichtung so platziert, dass die Keramik symmetrisch auf der zur aufgebrachten Last gegenüberliegenden Seite positioniert war. Der Abstand zwischen den Auflagen betrug 20 mm, der Radius der Druckfinne 1 mm. Der Kraftangriff erfolgte mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von $1,5 \pm 0,5$ mm/min.

Mit Hilfe eines Schreibgerätes (MESSAPPARATEWERK SCHLOTHEIM) wurde die Durchbiegung des Prüfkörpers, bezogen auf die angreifende Kraft, fortlaufend grafisch dargestellt. Die Bruchkraft F_{fail} ist durch den raschen Abfall der bis dahin stetig steigenden Kurve gekennzeichnet und aus der Darstellung ablesbar. Sie ist die Kraft, bei welcher der Titan-Keramik-Verbund versagt.

Die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit lässt sich nun mit Hilfe von F_{fail} nach zwei unterschiedlichen Methoden bestimmen, welche zur Sicherung der Ergebnisse beide durchgeführt wurden. Im ersten Verfahren ergibt sich die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit τ_b aus dem Produkt der Bruchkraft F_{fail} und einem Koeffizienten k :

$$\tau_b = F_{\text{fail}} \cdot k$$

Dieser Koeffizient k wird mit Hilfe eines Diagramms (Anlage 2) als Funktion der Dicke des Metallgerüsts (d_M) und des Elastizitätsmoduls (E_M) für den metallischen Werkstoff bestimmt.

Als alternatives Auswertungsverfahren wurde die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit zusätzlich numerisch auf der Grundlage des in Anlage 3 aufgezeigten Flussdiagramms berechnet.

4.4 Mikroskopie und Röntgenmikroanalyse

4.4.1 Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie und Röntgenmikroanalyse

Die REM-Analysen wurden am Rasterelektronenmikroskop REM 515 (PHILIPS) durchgeführt, welches mit dem energiedispersiven Röntgenmikroanalysesystem DX 4 (EDAX) ausgestattet war. Das Mikroskop wurde im Sekundärelektronen (SE)- und Röntgenanalyse-Modus verwendet, um sowohl die Oberflächentopographie kompakter Materialien in der Aufsicht und im Querschliff untersuchen zu können als auch die Gefügestruktur und chemische Zusammensetzung der Verbundproben zu charakterisieren.

Sekundärelektronen werden aus der unmittelbaren Nachbarschaft des Primärstrahls frei. Diese Elektronen erzeugen ein Bild mit einer hohen Raumauflösung und werden zur Darstellung der Oberflächenmorphologie genutzt. Ihre Emissionsrate und damit der Kontrast hängt sehr stark vom Winkel der Oberfläche zum einfallenden Primärstrahl ab, wodurch

vorwiegend Topographiekontraste erzeugt werden. Der SE-Modus wird in der vorliegenden Arbeit bei der Darstellung der konditionierten Titanoberflächen, der Verbundproben sowie der Bruchflächen verwendet.

Röntgenstrahlen entstehen durch Wechselwirkungen zwischen Elektronenstrahl und Probe. Sie enthalten chemische Informationen infolge des individuellen, charakteristischen Röntgenspektrums für jedes Element. Die Intensität der Röntgenstrahlen ist proportional dem Elementgehalt im angeregten Probenvolumen. Es handelt sich hierbei um ein semiquantitatives Verfahren, da alle Elemente auf 100,0 Gew.-% summiert werden. Das in der vorliegenden Arbeit verwendete Analysesystem erlaubt ausschließlich Angaben in Gewichtsprozent (Gew.-%). Bei der Untersuchung von Querschliffen wurden ungeätzte Proben verwendet.

Folgende Analyseverfahren kamen zum Einsatz:

- Punktanalyse, zur Charakterisierung von einzelnen Objektstrukturen.
- Flächenanalyse, zur Untersuchung von Elementverteilungen auf Oberflächen. Dabei wurden in einem Bereich von 4,5 mm² der Objektoberfläche die vorhandenen Elemente analysiert und deren Anteil in Gewichtsprozent quantifiziert.
- Line-Scan-Verfahren, zur Bestimmung der Elementverteilung auf einer Messlinie, parallel zur Verbund-Interface angewandt.
- Mappingverfahren, als spezieller Abbildungsmodus für Elementverteilungen, der die flächenhafte Darstellung von Haupt- bzw. Leitelementen auf der untersuchten Oberfläche ermöglicht. Es beruht auf der Analyse von Linien gleicher Schwärzung/ Intensität (Äquidensiten) für jeweils ein Element und deren Zuordnung zu Falschfarben. Durch Übereinanderlegen der Einzelbilder entsteht das fertige Mapping.

4.4.2 Charakterisierung der konditionierten Titanoberflächen

4.4.2.1 Lichtmikroskopische Darstellung der Titanoberflächenzustände

Anhand von Probekörpern, die ausschließlich aus dem metallischen Anteil bestanden, wurden die unterschiedlichen Oberflächenzustände des Titans vom Gusszustand über die Ultraschallreinigung bis hin zu den abschließenden Oberflächenkonditionierungsverfahren lichtmikroskopisch dargestellt. Sie erfolgten mit dem Auflichtmikroskop Axiotech (CARL ZEISS JENA) bei 200-facher Vergrößerung. Untersucht wurden dabei die Oberflächen in der Aufsicht sowie deren geätzte Querschliffe.

4.4.2.2 Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen

Die Auswirkungen der beiden Konditionierungsverfahren auf die Oberflächengüte des Titans wurden röntgenmikroanalytisch untersucht. Zur Quantifizierung der Fremdelemente (Strahlpartikel), die nach den jeweiligen Strahlverfahren auf den Titanoberflächen nachweisbar waren, wurde das Flächenanalyseverfahren benutzt. Das Mappingverfahren diente einer grafisch-analytischen Darstellung der Ergebnisse. Alle Messungen erfolgten bei geschlossenem Spektrometer, ohne Berücksichtigung des Sauerstoffs.

4.4.3 Charakterisierung der Verbundproben

4.4.3.1 Rasterelektronenmikroskopische Darstellung der Verbundproben

Diese rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen ungebrochener Verbundprüfkörper im Querschliff dienten der morphologischen Beschreibung des Verbundes. Dabei sollten auch durch den thermozyklischen Alterungsprozess entstandene Schwachstellen in der Verbundzone aufgezeigt werden.

4.4.3.2 Sauerstofftiefenprofil im Titan

Für die Untersuchungen zum Sauerstofftiefenprofil im Titan wurden ungeätzte Querschliffe der Verbundprüfkörper mit dem Line-Scan Analyseverfahren charakterisiert. Dabei wurden die Scan-Linien in definierten Abständen von 3, 4, 5, 7, 10, 20, 50 und 100 µm zum Interface Titan/Keramik gesetzt. Zur Registrierung des Sauerstoffs war das Spektrometer geöffnet (ECON-Detektor open).

Der Sauerstoffgehalt in 100 µm Tiefe im Titan wurde auf 100,0 Gew.-% festgelegt und die übrigen ermittelten Werte zu diesem in Relation gesetzt. Die grafische Auswertung erfolgte im Liniendiagramm.

4.4.4 Charakterisierung des Bruchverlaufs

Als Grundlage dieser Untersuchungen dienten die von DORSCH veröffentlichten Bruchcharakteristiken zum Metall-Keramik-Verbund (Dorsch, 1987). Er unterscheidet 4 verschiedene Möglichkeiten des Bruchlinienverlaufs (Abb. 4).

Durch die Ergebnisse aus den makroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen sollte eine Zuordnung zum entsprechenden Bruchtyp möglich werden.

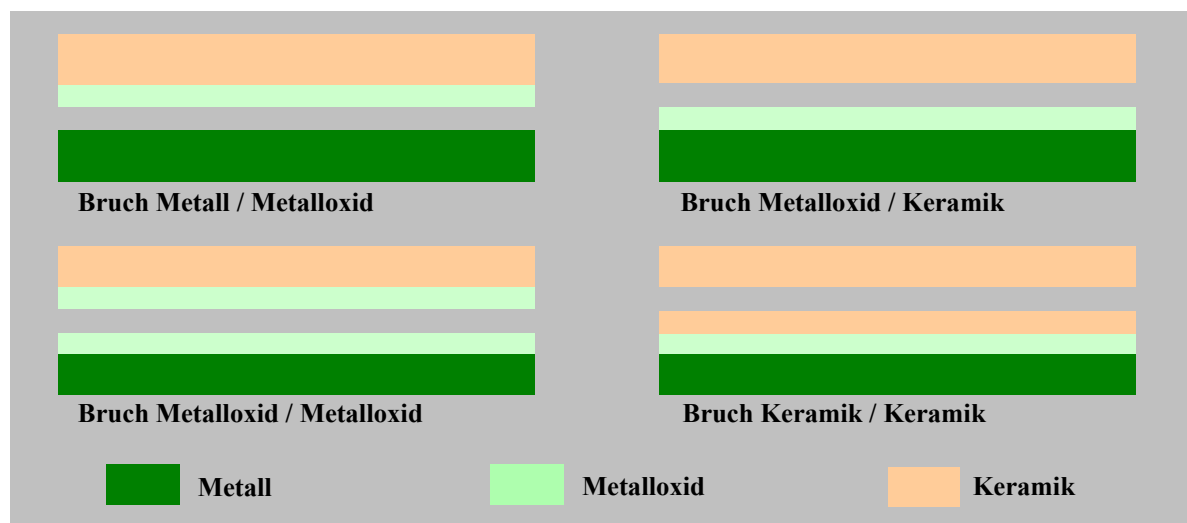


Abb. 4: Bruchcharakteristiken in metallkeramischen Systemen

Makroskopische Untersuchungen

Die bei den Ablöse/Rissbeginn-Festigkeitsuntersuchungen entstandenen Prüfkörperhälften wurden bei Lupenvergrößerung auf deren Morphologie untersucht und fotografisch dokumentiert.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Die REM-Untersuchungen stellten den Schwerpunkt bei der Charakterisierung des Bruchverlaufs dar. Von den bereits beschriebenen Analyse-Methoden wurde im Wesentlichen das Mapping-Verfahren verwendet. Anhand der röntgenmikroanalytischen Charakterisierung der verwendeten Materialien wurde jeder Hauptkomponente im Titan-Keramik-Verbundsystem ein charakteristisches Leitelement zugeordnet. Die grafische Darstellung erfolgte anschließend über Äquidensiten in Falschfarben. In der Tabelle 1 sind die Verbundkomponenten, deren Leitelemente und die farbliche Zuordnung aufgelistet.

Tab. 1: Verbundkomponente, Leitelement und farbliche Zuordnung beim Mappingverfahren

Verbundkomponente	Leitelement	Farbe
Titan/ massiv	Titan	dunkelgrün
Titan/ dünne Schichten	Titanoxid	hellgrün
Bonder/ Keramik	Silizium	hellbraun
Edelkorund	Aluminium	rot
α -OKM	Zirkonium	gelb

Gegenstand der Untersuchungen waren die bei der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeitsprüfung entstandenen Bruchflächen (Titan- und Keramikseite nach dem Bruch) in der Aufsicht sowie Querschliffe von Prüfkörpern, die sich während dieses Prüfverfahrens nicht vollständig gelöst hatten. Die Messungen erfolgten ohne Registrierung des Sauerstoffs bei geschlossenem Spektrometer.

Die Abbildungen 5 bis 9 verdeutlichen beispielhaft die Entstehung eines Mappings anhand einer nach dem Drei-Punkt-Biegeversuch vorliegenden Titan-Bruchfläche.

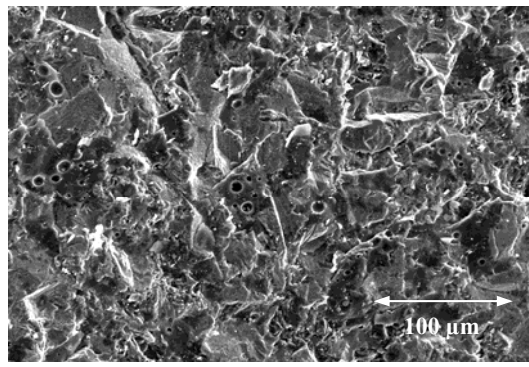


Abb. 5: Titanseite nach dem Bruch

Die Signale der untersuchten Leitelemente wurden mit Äquidensiten aufgearbeitet und in Falschfarben dargestellt (Abb. 6-8). Durch Projektion der Einzelbilder entstand das fertige Mapping, wie es in Abbildung 9 zu sehen ist.

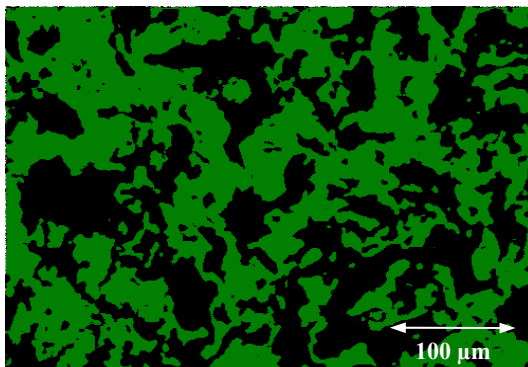


Abb. 6: Titan auf der Bruchfläche

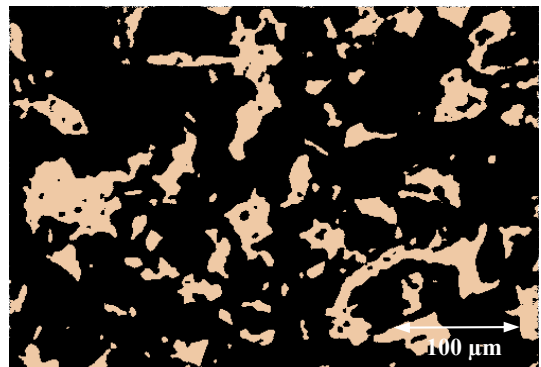


Abb. 7: Silizium auf der Bruchfläche

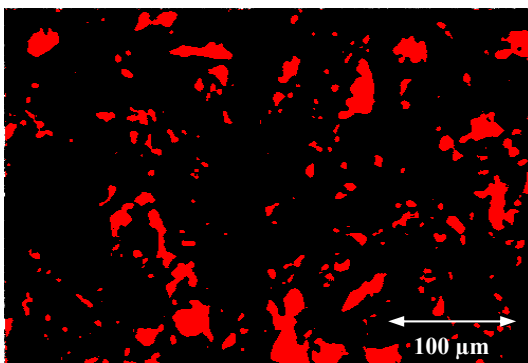


Abb. 8: Aluminium auf der Bruchfläche

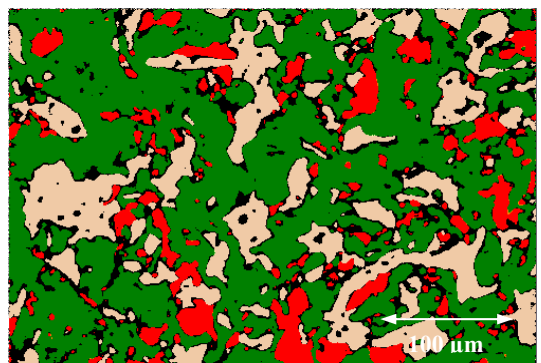


Abb. 9: Mapping

4.5 Statistische Auswertung

Die statistische Interpretation der Ergebnisse beschränkte sich auf die Untersuchungen zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften des Verbundes sowie auf die Analyse der konditionierten Titanoberflächen. Alle weiteren Versuche hatten einen deskriptiven Charakter, weshalb statistische Aussagen unberücksichtigt blieben.

In allen mechanischen Untersuchungen wurden die Mittelwerte der Einzelmessungen bestimmt und in Linien- bzw. Balkendiagrammen grafisch dargestellt.

Bei der Auswertung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit wurden die absoluten und prozentualen Standardabweichungen ermittelt.

Mit Hilfe des t-Testes (Signifikanzniveau $p < 0,05$) wurden die Ergebnisse auf Signifikanzen überprüft.

Zusätzlich wurden unter Verwendung des Statistikprogramms PlotIT 3.20 (SCIENTIFIC-PROGRAMMING-ENTERPRISES) so genannte Notch-Boxen erstellt. Die Abbildung 10 zeigt beispielhaft eine solche Darstellung.

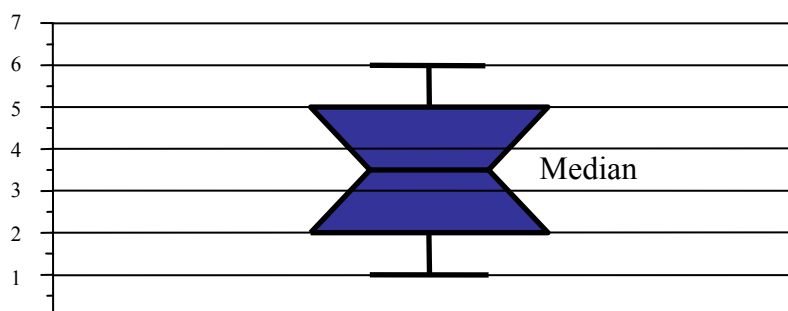


Abb. 10: Box und Whiskers

Die mittlere, blaugefärbte Box beinhaltet die mittleren 50 % der gemessenen Werte einer Messreihe. Sie weist beiderseits eine Kerbe, die so genannte Notch auf, die den Median-Wert markiert. Die waagerechten Linien außerhalb der Box werden als Whiskers bezeichnet. Oberer und unterer Whisker kennzeichnen den Maximal- bzw. Minimalwert.

Der Vergleich mehrerer Notch-Boxen innerhalb eines Diagramms erlaubt Aussagen bezüglich signifikanter Unterschiede. Es liegen signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) vor, wenn die Notch (Median-Wert) einer Messreihe keine Überlappungen mit den Boxen der anderen Messreihe aufweist (Mc Gill et al., 1978).

5 Ergebnisse

5.1 Mikroanalytische Charakterisierung der Werkstoffe

Die qualitative und semiquantitative Röntgenmikroanalyse der Strahlmittel, der Einbettmasse sowie der Bonder- und Opakermassen ergab folgende Zusammensetzung (Tab. 2-4):

Tab. 2: Zusammensetzung der Strahlmittel (Gew.-%)

	Al	Si	Zr	Ca	Na
Edelkorund	98,5	0,3	-	0,6	0,6
α -OKM	4,0	20,4	75,6	-	-

Tab. 3: Zusammensetzung der Einbettmasse (Gew.-%)

	Al	Si	Zr	Ca	Mg
BIOTAN - Einbettmasse	41,9	1,7	5,8	1,4	49,2

Tab. 4: Zusammensetzung der Keramikmassen (Gew.-%)

	Al	Si	Zr	Ca	Sn	Na	Ba	Ti	Fe	Zn	K
TRICERAM-Bonder	7,9	36,7	-	3,4	27,2	11,0	6,4	-	-	-	7,4
VITA-Bonder	6,6	62,3	-	8,5	4,8	6,0	3,6	-	-	1,4	6,8
TRICERAM-Opaker	9,1	35,8	22,1	0,7	-	13,3	8,7	3,8	1,2	3,7	1,6
VITA-Opaker	8,0	44,3	7,5	2,0	7,3	6,1	-	14,2	-	-	10,6

5.2. Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften

5.2.1 Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02)

Im Folgenden werden die Auswirkungen der verschiedenen Einflussfaktoren auf die Mikrohärte des Titans zusammenfassend dargestellt. Die einzelnen Messergebnisse sowie die statistischen Berechnungen der Mikrohärteprüfung sind in der Anlage 4 aufgeführt.

5.2.1.1 Einfluss des Gussvorgangs und der Oberflächenkonditionierung

Die Einflüsse des Gussvorganges und der Oberflächenkonditionierung auf die Mikrohärtigkeit des Titans wurden an Prüfkörpern bestimmt, die ausschließlich oberflächenkonditioniert wurden und nicht den Brennbedingungen ausgesetzt waren.

Die Abbildung 11 zeigt die grafische Darstellung der Ergebnisse, die Tabelle 5 die statistische Auswertung anhand des t-Tests.

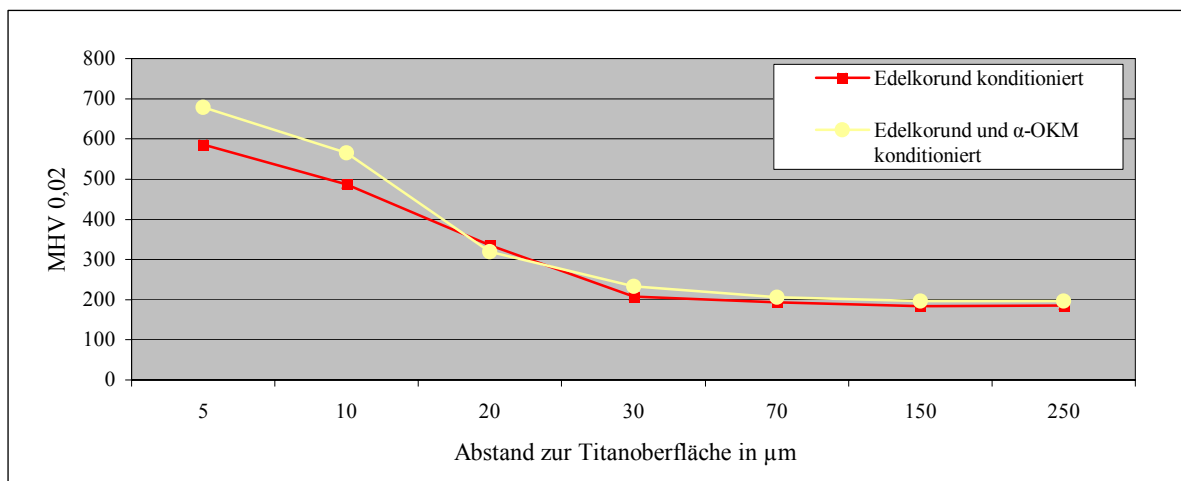


Abb. 11: Vergleich der MHV 0,02 des Titans in Abhängigkeit von der Oberflächenkonditionierung

Das Titan weist, unabhängig vom Strahlverfahren, oberflächlich bis in etwa 20 μm Tiefe höhere Mikrohärtewerte auf als in tieferen Bereichen. Ab 30 μm sind die Härtewerte des Titans deutlich niedriger. Sie liegen nahezu konstant bei etwa 200 MHV 0,02.

Die direkte Gegenüberstellung der beiden Strahlverfahren zeigt, dass die Mikrohärtigkeit des zusätzlich α -OKM gestrahlten Titans bis in eine Tiefe von 10 μm signifikant größer als beim mit Edelkorund gestrahlten Titan ist (Tab. 5).

Tab. 5: Signifikanzen der MHV 0,02 in Abhängigkeit von der Oberflächenkonditionierung

		5 μm	10 μm	20 μm	30 μm	70 μm	150 μm	250 μm
Edelkorund-gestrahlt	Edelkorund- und α -OKM gestrahlt	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.

$p < 0,05$; s. = signifikant; n.s. = nicht signifikant

5.2.1.2 Einfluss der keramischen Massen und der Brennbedingungen

Um die Auswirkungen der keramischen Massen sowie der Brennbedingungen auf die Mikrohärtigkeit MHV 0,02 beschreiben zu können, wurden die Mikrohärtigkeitsverläufe an Querschliffen keramikverblendeter Verbundprüfkörper ermittelt. Zu Vergleichszwecken wur-

den die Härteverläufe ausschließlich oberflächenkonditionierter Prüfkörper aufgeführt. Zur Verbesserung der Übersichtlichkeit erfolgte die Darstellung der Ergebnisse für beide Konditionierungsarten getrennt.

Oberflächenkonditionierung mit Edeldkorund

Die Abbildung 12 zeigt die Mikrohärteverläufe des ausschließlich Edeldkorund-gestrahnten Titans (unverblendet sowie mit TRICERAM und VITA verblendet). In der Tabelle 6 sind die entsprechenden Signifikanzen dargestellt.

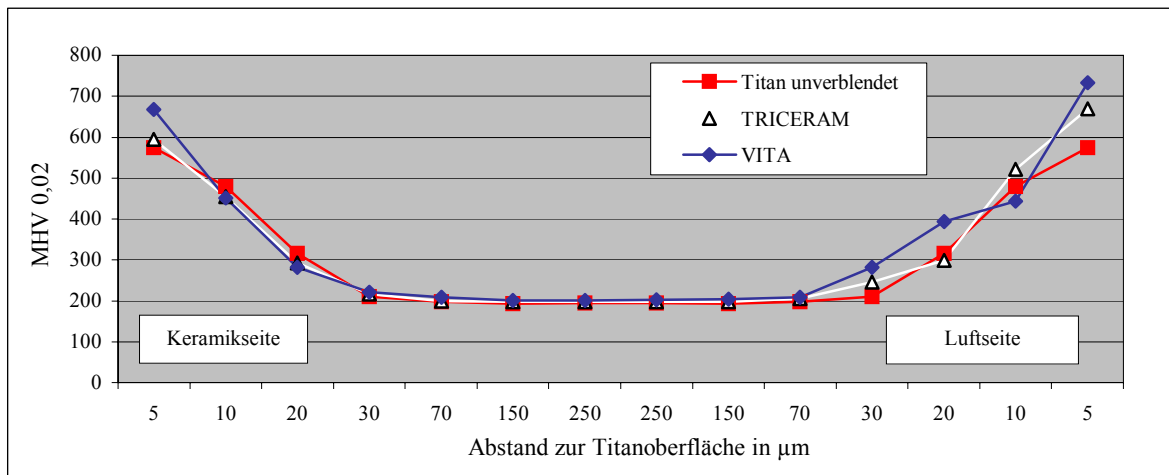


Abb. 12: MHV 0,02 des ausschließlich mit Edeldkorund konditionierten Titans in Abhängigkeit von der Keramik und von den Brennbedingungen

Die Mikrohärtemessungen zeigen bei den untersuchten Systemen beidseitig eine Aufhärtung im äußersten Titanrandbereich. Auf der Keramikseite ist die Steigerung der Mikrohärte bis in etwa 20 µm, auf der Luftseite bis in etwa 30 µm Tiefe feststellbar.

Beim TRICERAM-System ist die Mikrohärte keramikseitig bis 10 µm Tiefe im Titan gegenüber der Luftseite signifikant verringert.

Im Vergleich zum unverblendeten, mit Edeldkorund gestrahlten Titan bewirkt der TRICERAM-Keramikbrand lediglich auf der Luftseite bis in 5 µm Abstand zur Titanoberfläche eine signifikante Zunahme der Mikrohärte.

Das Titan weist nach der Verblendung mit VITA-Titan-Keramik keramikseitig bis in 30 µm Tiefe (mit Ausnahme des 10 µm Wertes) geringere Mikrohärtewerte auf als auf der unverblendeten Seite.

Der Vergleich mit dem unverblendeten Titan zeigt, dass die Mikrohärte infolge des Brennvorganges bis in 70 µm Tiefe signifikant erhöht ist (unter Ausschluss des 10 µm Wertes). Auf der Keramikseite sind diese Aufhärtungen nur bis zum 5 µm Wert feststellbar.

Die direkte Gegenüberstellung der Mikrohärten der verwendeten Titan-Keramiken ergibt beim VITA-System höhere Werte als beim TRICERAM-System (keramikseitig bis 5 μm , luftseitig mit Ausnahme des 10 μm Wertes bis 30 μm im Titan).

Durch direkten Kontakt der TRICERAM-Titan-Keramik mit dem oberflächenkonditionierten Titan auf der Keramikseite ist die Mikrohärte gegenüber der unverblendeten Seite reduziert. Dies spricht für strukturelle Veränderungen im Metall.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Aufhärtungen des Titans überwiegend die Folge des Oberflächenkonditionierungsverfahrens beziehungsweise des Gussvorganges sind. Die Keramik selbst und die Brennbedingungen üben einen zusätzlichen, allerdings nur modellierenden Einfluss aus. Die Bedingungen im Ofen führen zu einer weiteren Aufhärtung des Titans, wobei diese Veränderungen insbesondere bei der Brandführung des VITA-Systems deutlich werden.

Weiterhin ist festzustellen, dass durch direkten Kontakt der jeweiligen Keramiken mit dem mit Edelforund konditionierten Titan die Aufhärtung kompensiert wird. Aus diesem Verhalten resultieren Mikrohärtewerte, die sich nicht wesentlich vom unverblendeten Titan unterscheiden.

Tab. 6: Signifikanzen der Mikrohärte MHV 0,02 des Edelforund konditionierten Titans (unverblendet, TRICERAM- bzw. VITA- verblendet)

		5 μm	10 μm	20 μm	30 μm	70 μm	150 μm	250 μm
TRIC KS	TRIC LS	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA KS	VITA LS	s.	n.s.	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC KS	VITA KS	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC LS	VITA LS	n.s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC KS	Titan unverblendet	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC LS	Titan unverblendet	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA KS	Titan unverblendet	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA LS	Titan unverblendet	s.	n.s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.

$p < 0,05$; KS = Keramikseite; LS = Luftseite; s. = signifikant; n.s.= nicht signifikant

Oberflächenkonditionierung mit Edelforund und α -OKM

Die Ergebnisse sind in Abhängigkeit vom Abstand zur Titanoberfläche in der Abbildung 13 grafisch dargestellt. Die entsprechenden Signifikanzen zeigt Tabelle 7.

Die untersuchten Systeme zeigen beidseitig Aufhärtungen bis 30 μm im Titan. Nach der Verblendung des Titans mit TRICERAM zeigen sich luftseitig bis in 30 μm Tiefe, mit Ausnahme des 20 μm Wertes, signifikant größere Härtewerte als keramikseitig.

Gegenüber dem unverblendeten Titan ist die Mikrohärtigkeit keramikseitig bis zu einem Abstand von 20 μm zur Titanoberfläche verkleinert (unter Ausschluss des 5 μm Wertes).

Auf der Luftseite ist die Mikrohärtigkeit nach TRICERAM-Aufbrand gegenüber dem unverblendeten Titan bei 5 μm Wert signifikant vergrößert, beim 20 μm Wert dagegen signifikant verringert.

Das VITA-Titan-Keramik-System lässt bei Vergleich von Luft- und Keramikseite nur bis 20 μm Abstand zur Titanoberfläche signifikant unterschiedliche Mikrohärtigkeiten erkennen (Ausnahme 5 μm Wert). Dabei ist die Mikrohärtigkeit luftseitig gegenüber keramikseitig erhöht.

Die Gegenüberstellung mit dem unverblendeten Titan zeigt kaum signifikante Unterschiede. Lediglich auf der verblendeten Titanseite ist bei 10 μm eine signifikante Abnahme und keramikseitig bei 20 μm eine signifikante Zunahme der Härte zu verzeichnen.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass der Einfluss der Brennbedingungen auf die Mikrohärtigkeit des Titans nach zusätzlichem Kugelstrahlen gering ist.

Die Vergleiche der Luft- und Keramikseite zeigen, dass der direkte Kontakt der keramischen Massen mit dem Metall bis in 20 μm Tiefe des Titans eine Abnahme der Mikrohärtigkeitswerte bewirkt.

Auffällig ist, dass im äußersten Metallbereich diese Unterschiede nur beim TRICERAM-System zu finden sind und erst ab 10 μm Tiefe im Titan auch für das VITA-System zutreffen.

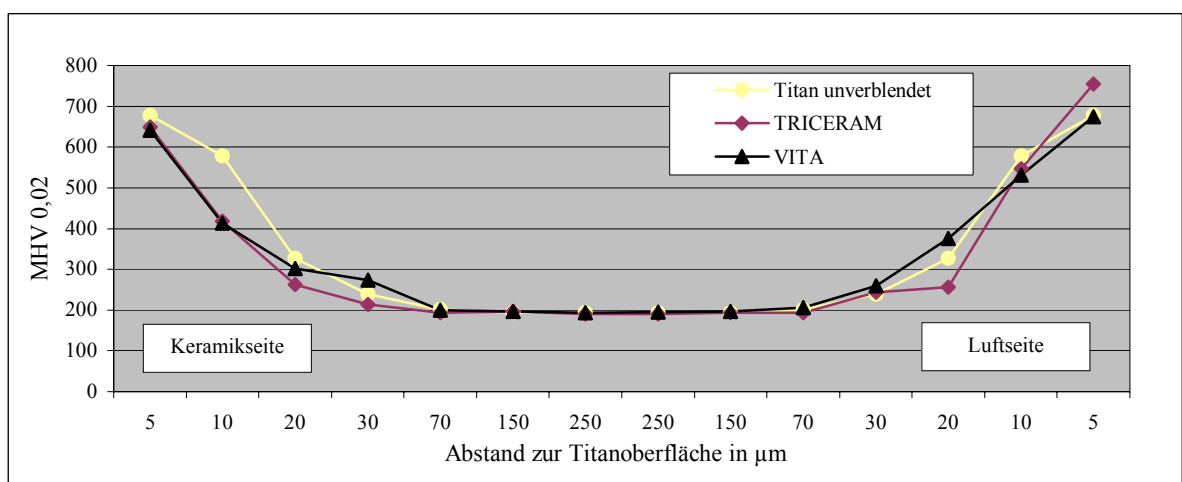


Abb. 13: MHV 0,02 des Edelkorund- und α -OKM-konditionierten Titans in Abhängigkeit von der Keramik und von den Brennbedingungen

Tab. 7: Signifikanzen der Mikrohärte MHV 0,02 des Edelkorund- und α -OKM konditionierten Titans (unverblendet, TRICERAM bzw. VITA verblendet)

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
TRIC KS	TRIC LS	s.	s.	n.s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA KS	VITA LS	n.s.	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC KS	VITA KS	n.s.	n.s.	n.s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC LS	VITA LS	s.	n.s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.
TRIC KS	Titan unverblendet	n.s.	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
TRIC LS	Titan unverblendet	s.	n.s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA KS	Titan unverblendet	n.s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
VITA LS	Titan unverblendet	n.s.	n.s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.

$p < 0,05$; KS = Keramikseite; LS = Luftseite; s. = signifikant ; n.s. = nicht signifikant

5.2.2 Elastizitätsmodul

Die Bestimmung der Elastizitätsmoduln erfolgte unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Titanoberflächenkonditionierung sowie der verschiedenen Brennbedingungen der verwendeten titankeramischen Massen. Dazu ist das Ermitteln entsprechender Kraft-Durchbiegungs-Verhältnisse erforderlich, deren Ergebnisse der Anlage 5 zu entnehmen sind. Für das mit Edelkorund gestrahlte Titan, welches mit TRICERAM verblendet wurde, sind diese Verhältnisse beispielhaft in einem Liniendiagramm grafisch aufgeführt (Abb. 14). Es ist zu sehen, dass die Messungen im elastischen Bereich durchgeführt wurden.

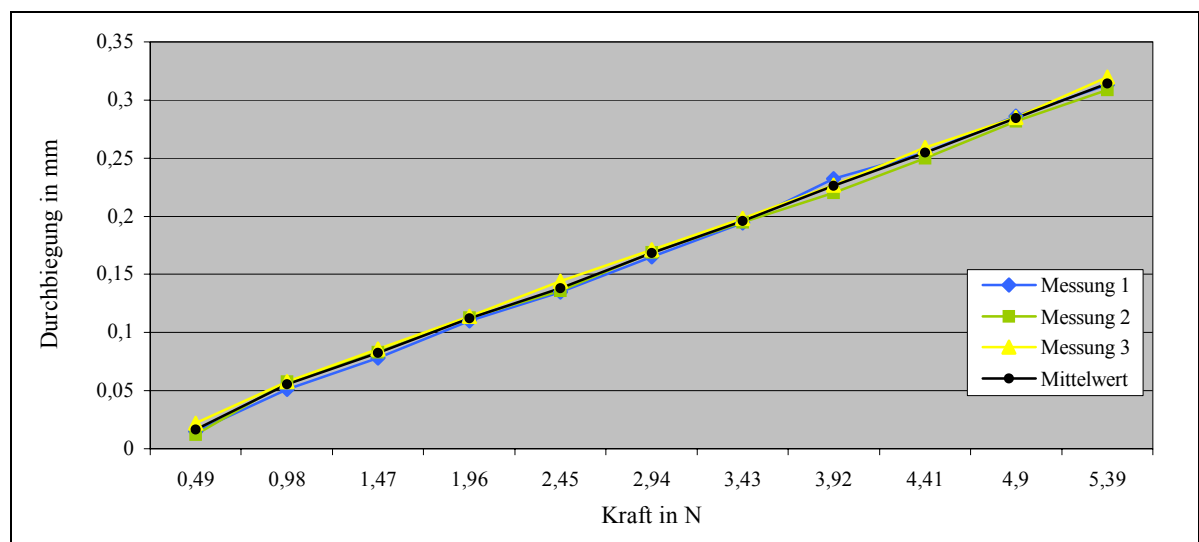


Abb. 14: Kraft-Durchbiegungs-Diagramm von Titan nach Edelkorund-Konditionierung und Aufbrand von TRICERAM

Die ermittelten Elastizitätsmoduln sind in der Abbildung 15 in Form so genannter Notch-Boxen dargestellt.

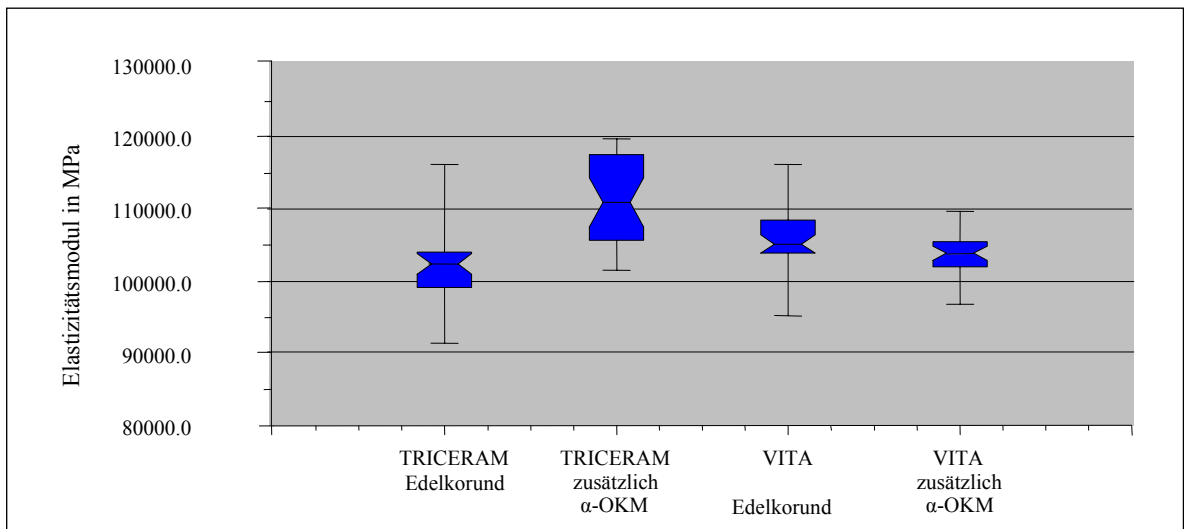


Abb. 15: Elastizitätsmoduln der Titan-Keramik-Systeme in Abhängigkeit von den verschiedenen Oberflächenkonditionierungen

Das ausschließlich Edelkorund-gestrahlte Titan nach TRICERAM-Verblendung weist mit 97800 MPa die niedrigsten Werte auf. Dabei ist die Varianz sehr groß. Den größten Elastizitätsmodul hat das Titan nach der Oberflächenkonditionierung mit α -OKM nach TRICERAM-Aufbrand (111000 MPa).

Während die zusätzliche Behandlung mit Kugelstrahlmittel beim TRICERAM-System eine Zunahme des E-Moduls des Titans bewirkt, sinkt der Mittelwert beim VITA-System von 105600 MPa auf 103600 MPa.

Die Abbildung 15 und der zusätzlich durchgeführte t-Test zeigen, dass alle diese Unterschiede signifikant sind. Die einzelnen Ergebnisse befinden sich in der Anlage 5.

5.2.3 Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit

Im Folgenden werden die verschiedenen Einflussfaktoren auf die mechanische Stabilität des Titan-Keramik-Verbundes systematisch dargestellt. Alle Einzelergebnisse, Mittelwerte sowie die absoluten und prozentualen Standardabweichungen befinden sich in Anlage 6.

Die zwei unterschiedlichen Bestimmungsmethoden zeigten keine signifikant verschiedenen Ergebnisse (Anlage 6). In den Balkendiagrammen der Abbildungen 16 bis 19 sind jeweils die Mittelwerte der numerisch bestimmten Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sowie deren Standardabweichungen aufgeführt.

5.2.3.1 Einfluss der untersuchten Titan-Keramiken

Die Abbildung 16 zeigt die Ergebnisse der Prüfreihe, in denen die Prüfkörper exakt nach Herstellerangaben behandelt wurden.

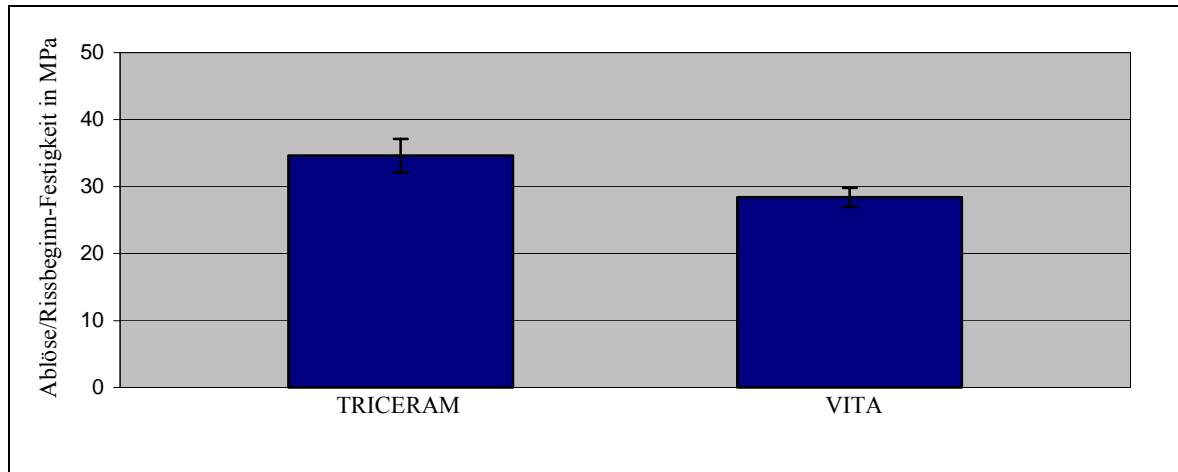


Abb. 16: Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sowie Standardabweichungen nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung

Das TRICERAM-Titan-Keramik-System weist mit 34,6 MPa den höchsten Mittelwert auf (Standardabweichung 2,5 MPa). Die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit der VITA-Titan-Keramik liegt um etwa 20 % darunter, bei 28,9 MPa (Standardabweichung 1,4 MPa). Der t-Test zeigt, dass diese Unterschiede statistisch signifikant sind (Tab. 8).

5.2.3.2 Einfluss der thermozyklischen Alterung

Die Alterung der Prüfkörper durch Temperaturlastwechsel führte bei beiden untersuchten Titan-Keramik-Verbundsystemen zu einer Abnahme der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Abb. 17). Diese beträgt bei TRICERAM etwa 11 %. Bei der VITA-Titan-Keramik ist eine Abnahme um etwa 5 % feststellbar. Während bei der TRICERAM-Titan-Keramik die Abnahme der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit signifikant ist, lässt sich dies beim VITA-System nicht nachweisen (Tab. 8).

Der Mittelwert der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit ist dabei beim TRICERAM-System mit 31,2 MPa gegenüber dem VITA-System mit 27,1 MPa größer. Der statistische Vergleich zeigt, dass die mittleren Verbundfestigkeiten jedoch nicht signifikant verschieden sind. Erwähnenswert ist die hohe Standardabweichung von 4,2 MPa der gealterten VITA-Prüfreihe.

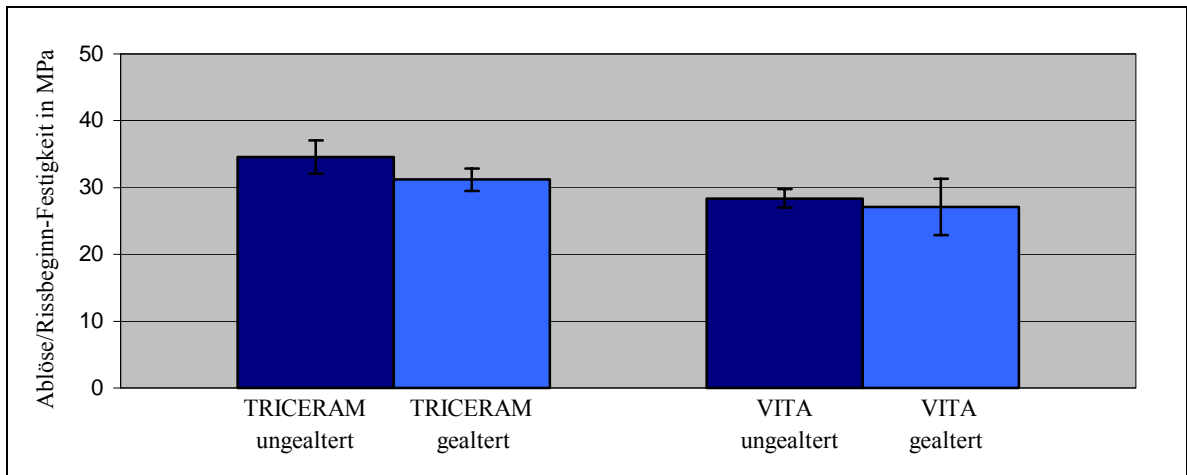


Abb. 17: Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sowie Standardabweichungen nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung ohne bzw. mit Alterung

5.2.3.3 Einfluss der Oberflächenkonditionierung

Die Auswirkungen der unterschiedlichen Strahlverfahren auf die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sind in der Abbildung 18 als Mittelwerte mit den dazugehörigen Standardabweichungen dargestellt.

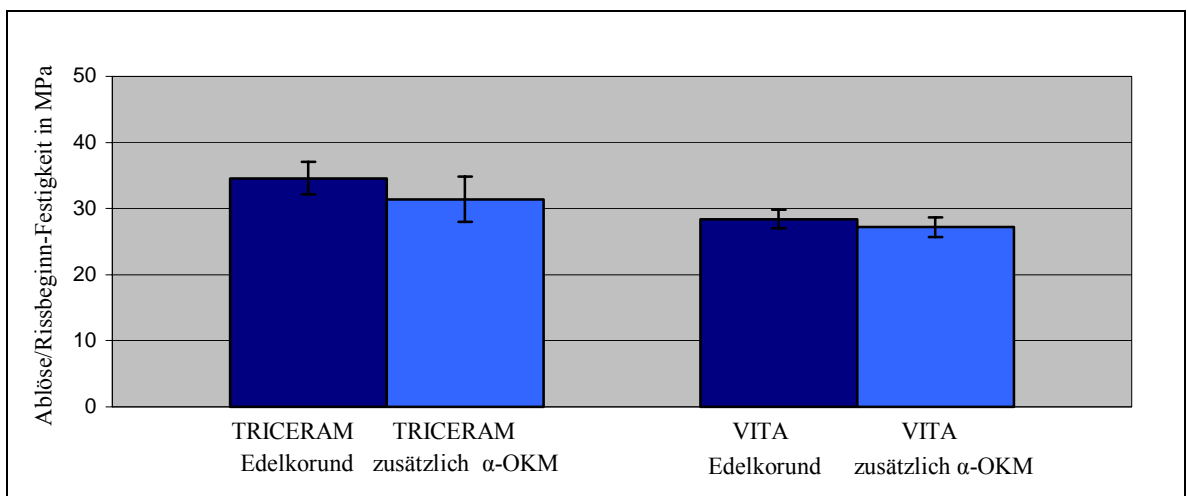


Abb. 18: Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sowie Standardabweichungen nach ausschließlicher Edelkorund sowie Edelkorund- und α-OKM-Konditionierung (ohne Alterung)

Die Messungen ergaben nach zusätzlichem Kugelstrahlen für die TRICERAM-Titan-Keramik einen Mittelwert von 31,4 MPa (Standardabweichung 3,4) und für die VITA-Titan-Keramik von 27,2 MPa (Standardabweichung 1,5). Bei beiden Systemen nimmt damit die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit nach Anwendung von α-OKM im Mittel ab. Beim TRICERAM-System beträgt die Abnahme etwa 10 %, beim VITA-System etwa 4,5 %. Nach dem t-Test sind diese Veränderungen allerdings nicht signifikant (Tab. 8).

5.2.3.4 Einfluss der Oberflächenkonditionierung und der thermozyklischen Alterung

Die Verbundfestigkeit zwischen Titan und Keramik nach zusätzlichem Strahlen des Titans mit α -OKM und Alterung der Prüfkörper ist gegenüber dem nach Herstellerangaben konditionierten Titan ohne Alterung deutlich reduziert. Die Abbildung 19 zeigt den Vergleich grafisch. Beim TRICERAM-System fällt die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit von 34,6 MPa auf 25,4 MPa. Dies entspricht einem relativen Abfall um etwa 27 %. Dabei steigt die Standardabweichung von 2,5 auf 6,4.

Beim VITA-Titan-Keramik-System erreicht der Mittelwert mit 13,2 MPa nicht die von der DIN EN ISO 9693 geforderte Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit von 25,0 MPa (siehe Abbildung 19, VITA α -OKM gealtert (1)). Eine weitere Messreihe brachte mit 4,8 MPa noch schlechtere Ergebnisse (siehe Abbildung 19, VITA α -OKM gealtert (2)). Die hohen Standardabweichungen von 13,3 beziehungsweise 6,9 innerhalb der Messreihen deuten auf eine empfindliche Technologie hin. Nach der Anwendung von Kugelstrahlmittel sowie anschließender thermozyklischer Alterung unterscheiden sich die Ergebnisse signifikant gegenüber denen nach strikter Einhaltung der Herstellervorschriften.

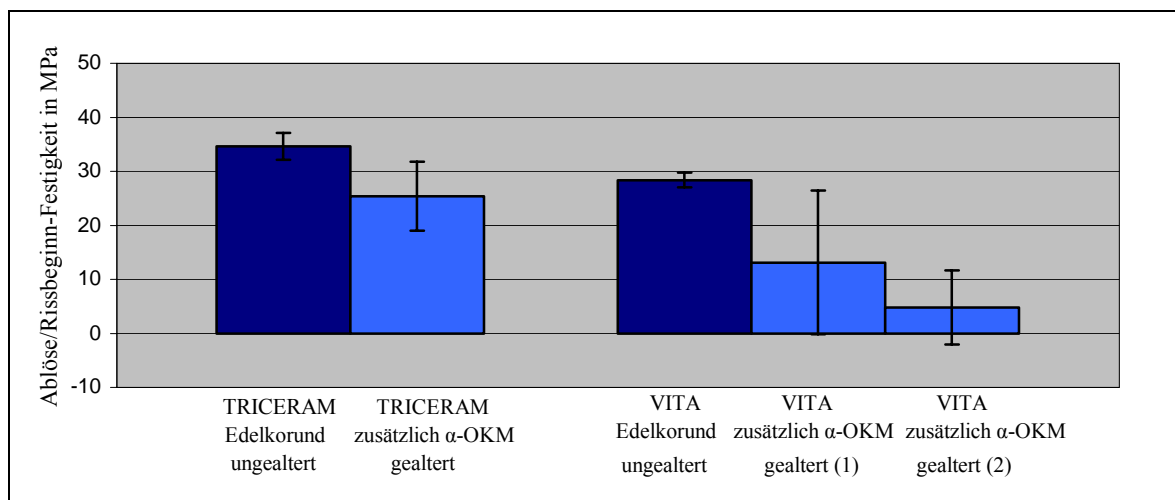


Abb. 19: Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten sowie Standardabweichungen nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung ohne Alterung sowie nach Edelkorund- bzw. α -OKM-Konditionierung mit Alterung

5.2.3.5 Statistische Auswertung

Zur Beschreibung von Signifikanzen wurde der t-Test mit einem Signifikanzniveau von $p < 0,05$ herangezogen. Die ermittelten Signifikanzwerte befinden sich in der Anlage 5. Eine Zusammenfassung zeigt die Tabelle 8.

Tab. 8: Signifikanzen der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten

		TRICERAM Edelkorund		TRICERAM Edelkorund u. α -OKM		VITA Edelkorund		VITA Edelkorund u. α -OKM		
		ug.	g.	ug.	g.	ug.	g.	ug.	g. (1)	g. (2)
TRICERAM Edelkorund	ug.		s.	n.s.	s.	s.	s.	s.	s.	s.
	g.			n.s.	n.s.	s.	n.s.	s.	s.	s.
TRICERAM Edelkorund und α -OKM	ug.				n.s.	n.s.	n.s.	s.	s.	s.
	g.					n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	s.
VITA Edelkorund	ug.						n.s.	n.s.	s.	s.
	g.							n.s.	s.	s.
VITA Edelkorund und α -OKM	ug.								s.	s.
	g.(1)									n.s.
	g.(2)									

$p < 0,05$; s. = signifikant; n.s. = nicht signifikant; g. = gealtert; ug. = ungealtert

Weiterhin wurden die Ergebnisse der Versuchsreihen in Form von Notch-Boxen dargestellt (Abb. 20).

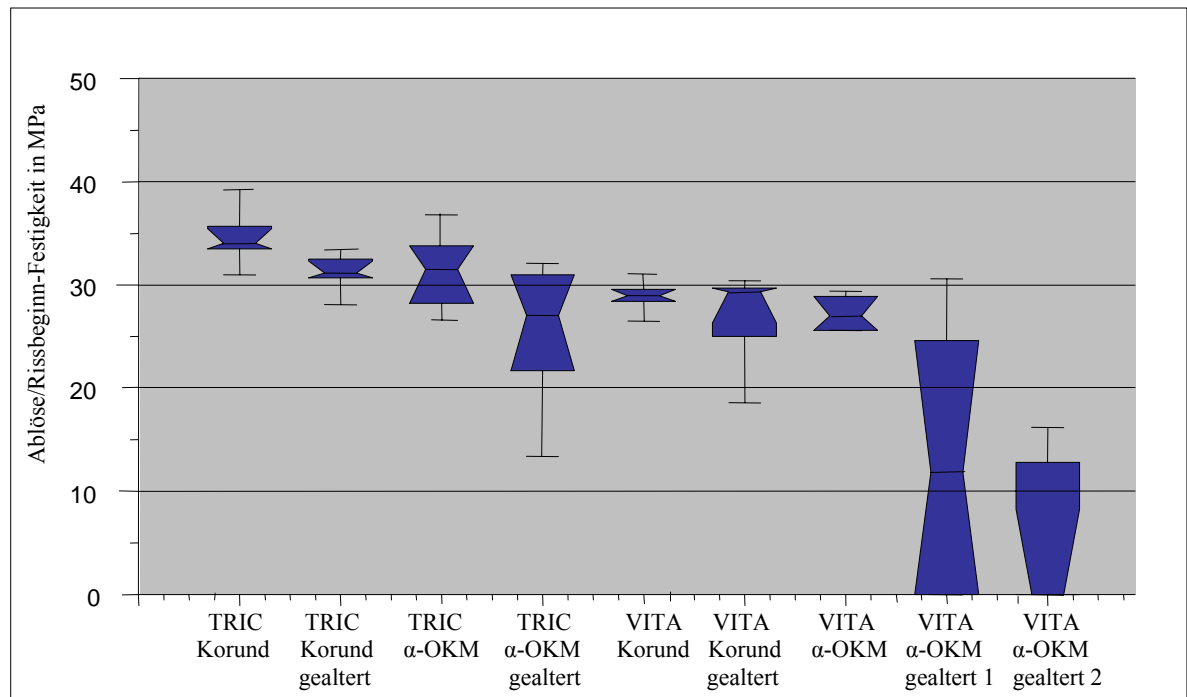


Abb. 20: Darstellung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten aller Versuchsreihen in Notch-Boxen; Korund = Edelkorund-konditioniert; α -OKM = Edelkorund- und α -OKM-konditioniert

5.3 Mikroskopie und Röntgenmikroanalyse

5.3.1 Charakterisierung der Titanoberflächen

5.3.1.1 Lichtmikroskopische Darstellung

Die Abbildung 21 zeigt einen Titanquerschliff im Gusszustand, auf dem Einbettmassepartikel deutlich erkennbar sind. Unmittelbar an der Oberfläche des Titanprüfkörpers befindet sich eine weiße, dünne Schicht, die auf das Vorhandensein einer sauerstoffangereicherten, aufgehärteten Diffusionszone hinweist. Diese Schicht wird allgemein als α -case bezeichnet. In der Prüfkörperbasis sieht man blaue beziehungsweise braune Bereiche. Es handelt sich um α -Titankristallite, welche entsprechend der räumlichen Orientierung in diesen beiden Farben erscheinen. Die Abbildung 22 zeigt den entsprechenden Zustand in der Aufsicht.

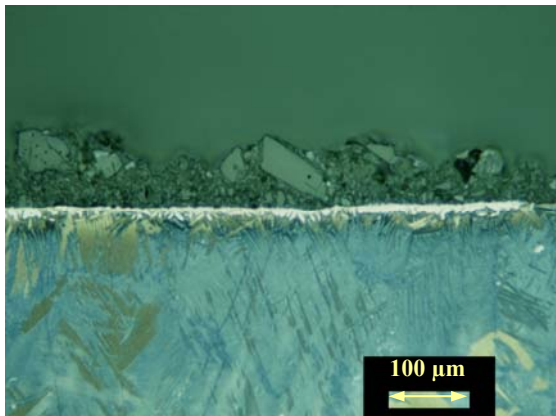


Abb. 21: Titan Querschliff, geätzt, Gusszustand

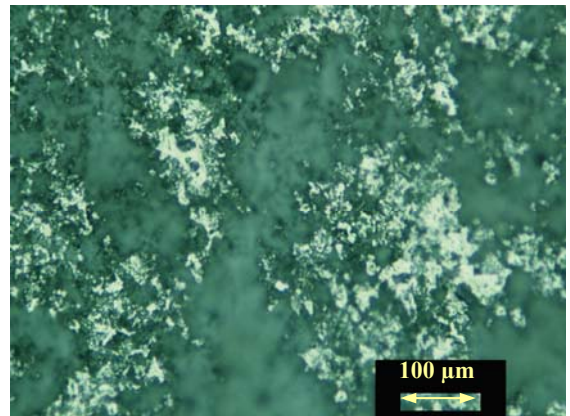


Abb. 22: Titan Oberfläche, Gusszustand

In den Abbildungen 23 und 24 ist das ultraschallgereinigte Gussobjekt dargestellt. Einbettmassereste sind nicht sichtbar, die weiße sauerstoffangereicherte Diffusionszone ist erkennbar. Im Kristallgefüge des Titans sind keine Veränderungen feststellbar.

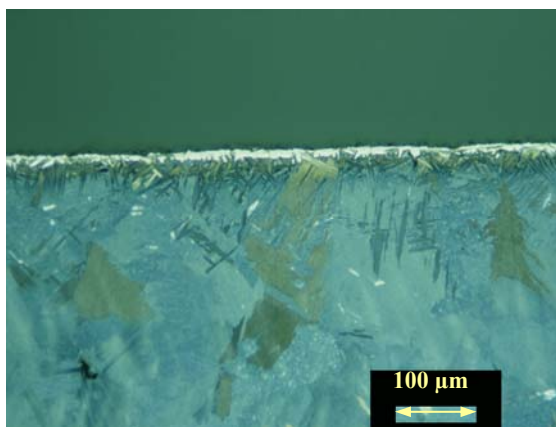


Abb. 23: Titan Querschliff, geätzt, ultraschallgereinigt

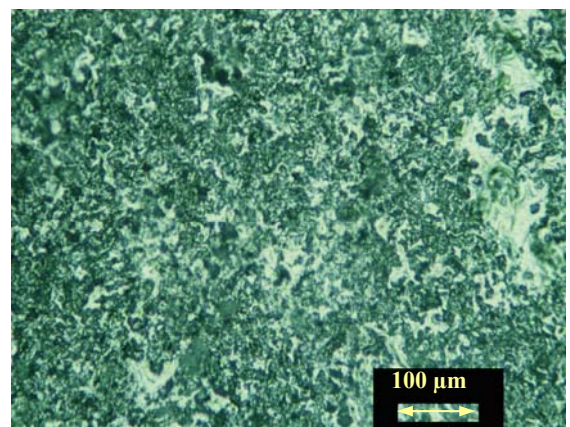


Abb. 24: Titan Oberfläche, ultraschallgereinigt

Nach Edelporund-Strahlung für 30 s zeigt sich das Titan, wie es in den Abbildungen 25 und 26 dargestellt ist. Die Oberfläche ist unregelmäßig vergrößert und weist viele Infrawölbungen auf. Die ursprüngliche α -case ist lichtmikroskopisch nicht mehr zu sehen. In den äußersten Randschichten sind allerdings Gefügestörungen durch das abrasive Strahlen, die so genannte Deformationszone, nachweisbar. In der Tiefe schließt sich die typische kristalline Struktur des Titans an.

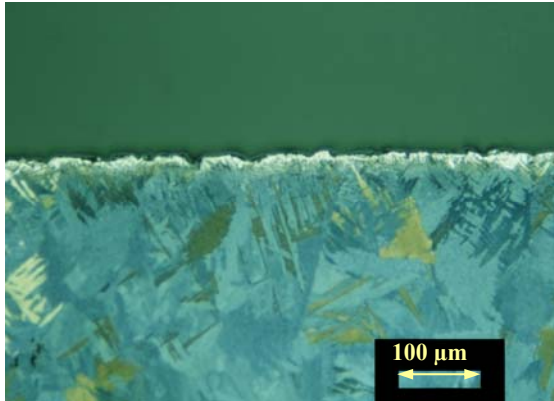


Abb. 25: Titan Querschliff, geätzt, Edelporund konditioniert

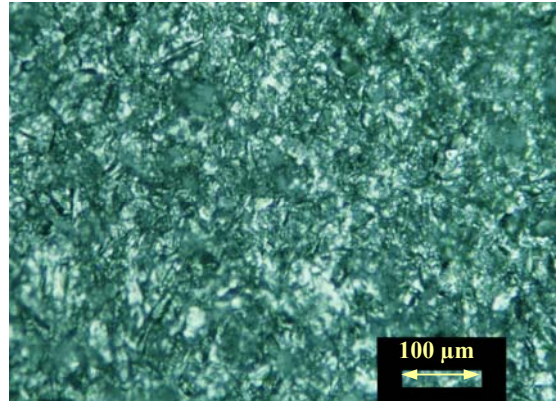


Abb. 26: Titan Oberfläche, Edelporund konditioniert

Nach zusätzlichem α -OKM-Kugelstrahlen für 10 s ist die äußerste Schicht des Titans lichtmikroskopisch weiß und geglättet (Abb. 27). Die Diffusionszone ist gegenüber dem Zustand nach reinem abrasiven Korundstrahlen verbreitert, die stark deformierte Zone hingegen ist kaum noch feststellbar. Unterschnitte sind ebenso nicht mehr erkennbar. In der Tiefe findet sich der typische kristalline Aufbau des Titans.

Die Abbildung 28 zeigt den geschilderten Titanzustand in der Aufsicht.

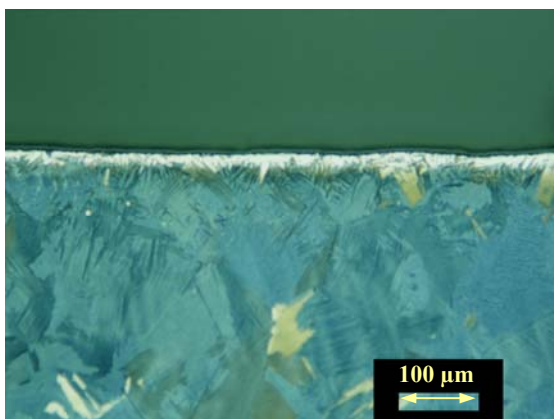


Abb. 27: Titan Querschliff, geätzt, Edelporund und α -OKM konditioniert

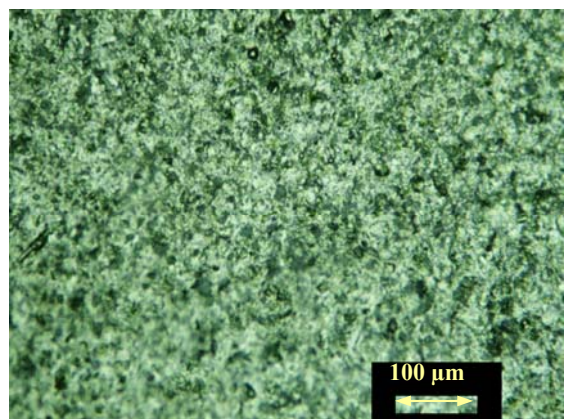


Abb. 28: Titan Oberfläche, Edelporund und α -OKM konditioniert

5.3.1.2 Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen

Die Tabelle 9 enthält die durch Flächenanalyse ermittelte Elementverteilung auf der Titanoberfläche. Die Ergebnisse der Einzelmessungen sind in der Anlage 7 aufgeführt.

Tab. 9: Elementverteilung auf den konditionierten Titanoberflächen (Gew.-%)

	Ti	Al	Zr	Rest
Edelkorund-Konditionierung	83,2	16,0	-	0,8
Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	81,7	5,8	8,7	3,8

In den Abbildungen 29 und 31 sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der ausschließlich mit Edelkorund bzw. zusätzlich mit α -OKM konditionierten Titanoberfläche dargestellt. Die Abbildungen 30 und 32 beschreiben den jeweiligen Oberflächenausschnitt in Form eines Mappings. Die farbliche Zuordnung der Leitelemente ist der Tabelle 1 auf der Seite 28 zu entnehmen.

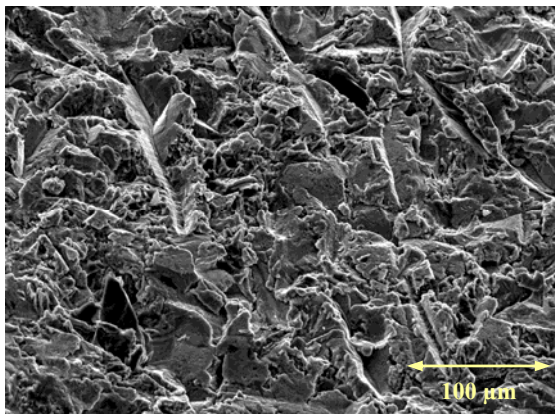


Abb. 29: Titanoberfläche ausschließlich Edelkorund konditioniert (Foto)

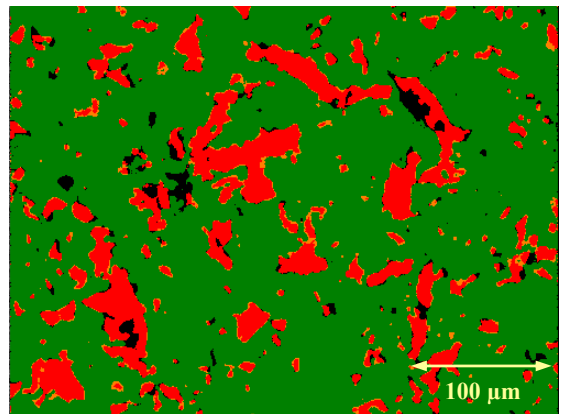


Abb. 30: Titanoberfläche ausschließlich Edelkorund konditioniert (Mapping)

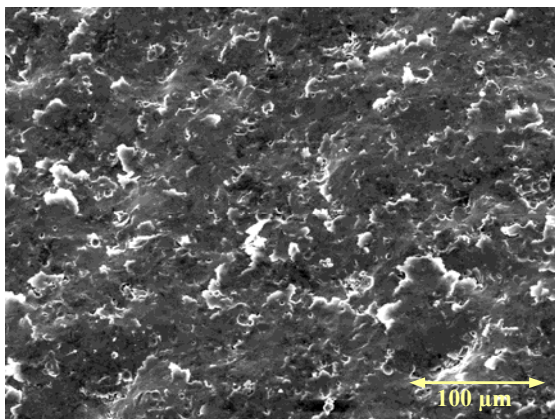


Abb. 31: Titanoberfläche zusätzlich α -OKM konditioniert (Foto)

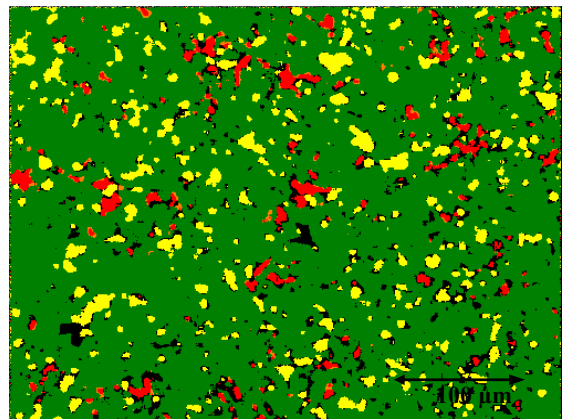


Abb. 32: Titanoberfläche zusätzlich α -OKM konditioniert (Mapping)

5.3.2 Charakterisierung der Verbundproben

5.3.2.1 Rasterelektronenmikroskopische Darstellung

Die folgenden Abbildungen zeigen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Verbundmorphologie zwischen Titan und Keramik, in Abhängigkeit vom verwendeten Keramiksistem und der Oberflächenkonditionierung. Nach dem thermozyklischen Alterungsprozess waren keine Veränderungen, wie zum Beispiel Riss- oder Spaltbildung, feststellbar. Deshalb beschränkt sich die Darstellung ausschließlich auf die ungealterten Verbundproben.

TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung

Der Titan-Keramik-Verbund ist charakterisiert durch eine starke Verzahnung. Das Titan weist viele Spitzen und Kanten auf. Zahlreiche Partikel, mikroanalytisch als Aluminium identifiziert, sind im Interface nachweisbar, zum Teil oberflächlich im Titan eingeschlossen (Abb. 33 und 34). Innerhalb der keramischen Massen sind einzelne Kristallite erkennbar. Des Weiteren finden sich im Bonder vereinzelt runde Hohlräume, vermutlich Gaseinschlüsse.

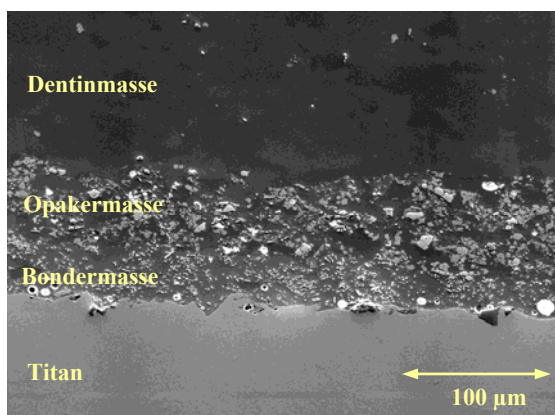


Abb. 33: Verbund TRICERAM, ausschließliche Edelkorund-Konditionierung (Übersicht)

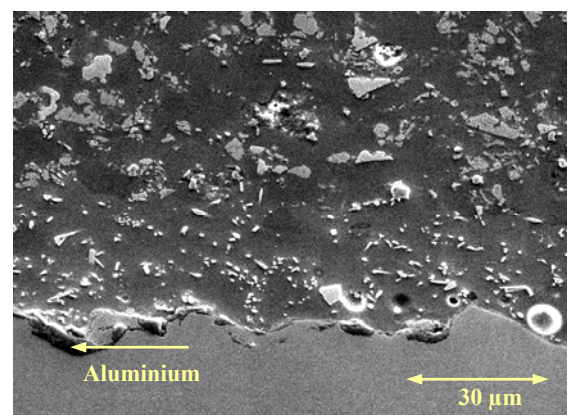


Abb. 34: Verbund TRICERAM, ausschließliche Edelkorund-Konditionierung (Detail)

TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Die Verbundzone nach zusätzlicher α -OKM-Konditionierung und TRICERAM-Verblendung ist nur wenig zerklüftet und weist keine Verzahnungen auf (Abb. 35). Stattdessen zeigt sich das Titan im Interfacebereich eingeebnet. Eingeschlagene, vorwiegend aluminiumhaltige Strahlkörper sind oberflächennah vorhanden, häufig durch Titan überdeckt.

Die Detailaufnahme in Abbildung 36 zeigt die in sich zerstörten aluminiumhaltigen Partikel und das gelockerte, darüber liegende Titan. Die nach dem Edelkorund-Strahlen entstandenen Spitzen und Kanten auf der Titanoberfläche, welche durch das Kugelstrahlen eingeebnet werden, erscheinen gelockert und ohne feste Verbindung zum restlichen Titan. Das Zirkonium, als Rest eines α -OKM Partikels, liegt ebenfalls ohne feste Verbindung auf dem Titan.

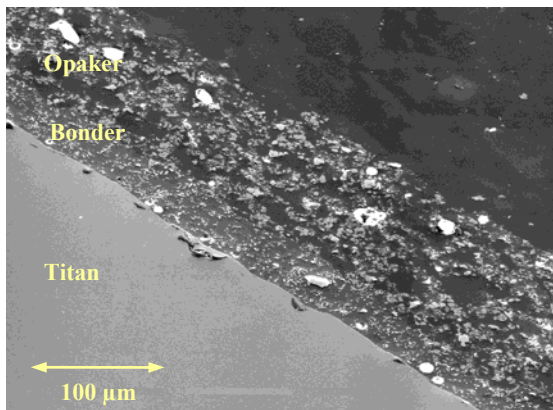


Abb. 35: Verbund TRICERAM, zusätzliche α -OKM-Konditionierung (Übersicht)

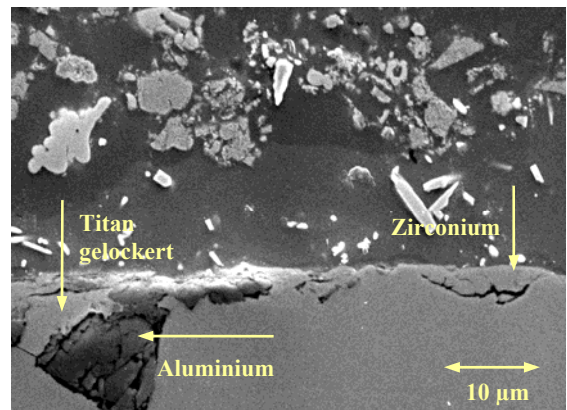


Abb 36: Verbund TRICERAM, zusätzliche α -OKM-Konditionierung (Detail)

VITA, Edelkorund-Konditionierung

Der VITA-Titan-Keramik-Verbund ist nach Edelkorund-Konditionierung durch eine starke Verzahnung gekennzeichnet (Abb. 37).

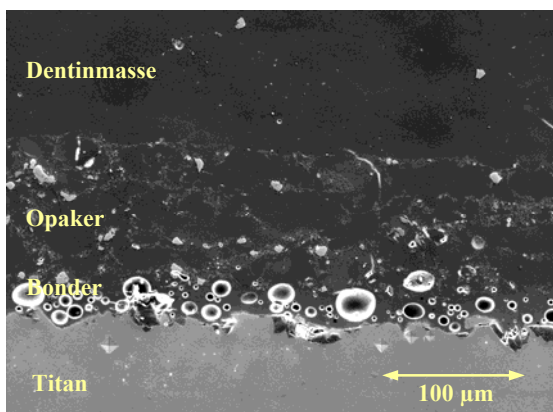


Abb. 37: Verbund VITA, ausschließliche Edelkorund-Konditionierung (Übersicht)

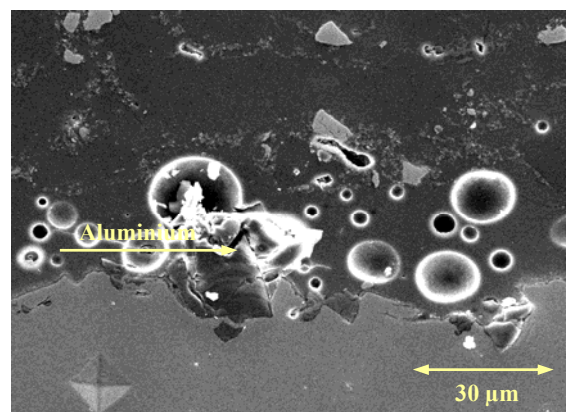


Abb. 38: Verbund VITA, ausschließliche Edelkorund-Konditionierung (Detail)

Der kristalline Aufbau der keramischen Massen, insbesondere des Opakers ist sichtbar. Charakteristisch ist das Vorhandensein einer Vielzahl von unterschiedlich großen Hohlräumen im Bonder. Wahrscheinlich handelt es sich dabei um Gaseinschlüsse. Die

Detailaufnahme in der Abbildung 38 verdeutlicht dies und zeigt gleichzeitig die locker übereinandergeschichteten aluminiumhaltigen Strahlpartikel des Edelkorunds.

VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Durch die zusätzliche Konditionierung mit α -OKM-Kugelstrahlmittel ist die Titanoberfläche eingeebnet und wellenartig geglättet. Der Titan-Keramik-Verbund weist keinerlei Verzahnungen auf. Vorwiegend zirkoniumhaltige Partikel als Reste des α -OKM finden sich im Interfacebereich ebenso wie Aluminiumpartikel.

Während der Opaker seine kristalline Struktur erkennen lässt, ist der Bonder homogen und durch Hohlräume gekennzeichnet, die nahezu die gesamte Bonderstärke einnehmen (Abb. 39 und 40).

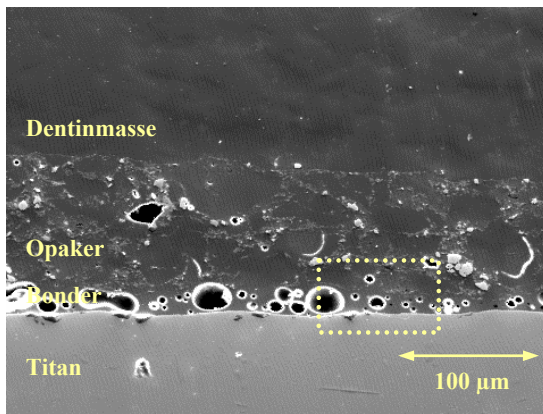


Abb. 39: Verbund VITA, zusätzliche α -OKM-Konditionierung (Übersicht)

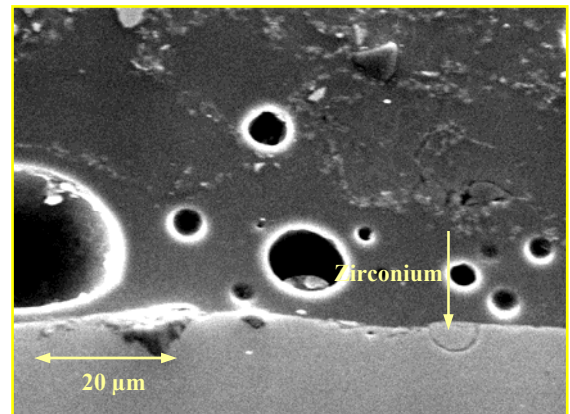


Abb. 40: Verbund VITA, zusätzliche α -OKM-Konditionierung (Detail)

5.3.2.2 Sauerstofftiefenprofil im Titan

In Abhängigkeit vom Oberflächenkonditionierungsverfahren ergaben sich für die unterschiedlichen Titan-Keramik-Verbundsysteme die in den Abbildungen 41 und 42 dargestellten Sauerstofftiefenprofile. Die Tabellen 10 und 11 enthalten die entsprechenden Signifikanzen.

TRICERAM- System

Der relative Sauerstoffgehalt ist im äußersten Randbereich des Titans höher als beim Referenzbereich in 100 µm Tiefe. Dabei sind die Werte nach Konditionierung mit α -OKM bis in 50 µm Tiefe höher als nach ausschließlicher abrasiven Strahlen mit Edelkorund (Abb. 41).

Des Weiteren fällt auf, dass nach Edelkorund-Konditionierung die Sauerstoffanreicherung luftseitig bis 7 μm höher ist als keramikseitig, nach α -OKM-Konditionierung bis in 20 μm Tiefe.

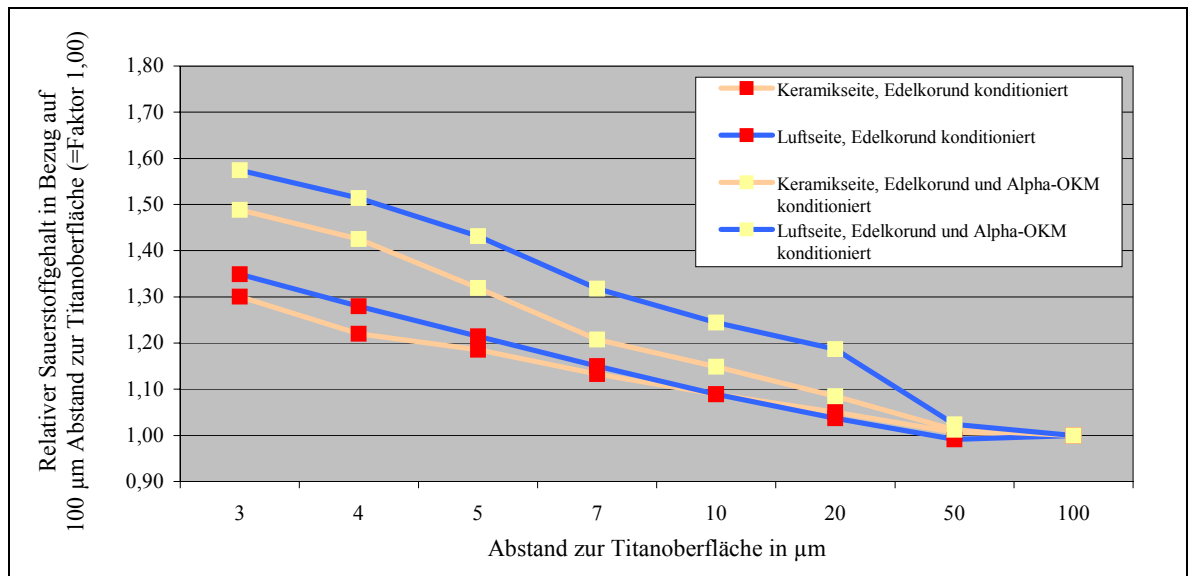


Abb. 41: Sauerstofftiefenprofil beim TRICERAM-System unter Berücksichtigung der Titanoberflächenkonditionierung

Tab. 10: Signifikanzen des relativen Sauerstoffgehalts beim TRICERAM-System

		3 μm	4 μm	5 μm	7 μm	10 μm	20 μm	50 μm	100 μm
Edelkorund/ KS	Edelkorund/ LS	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
α -OKM/ KS	α -OKM/ LS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.
Edelkorund/ KS	α -OKM/ KS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.
Edelkorund/ LS	α -OKM/ LS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.

$p < 0,05$; Edelkorund = Edelkorund konditioniert; α -OKM = Edelkorund und α -OKM konditioniert; KS = Keramikseite; LS = Luftseite; s. = signifikant; n.s. = nicht signifikant

VITA- System

Auch beim VITA-Titan-Keramik-System steigt der relative Sauerstoffgehalt mit Annäherung zur Titanoberfläche.

Eine generell höhere Sauerstoffanreicherung infolge des Strahlens mit α -OKM ist nicht festzustellen. Stattdessen liegt luftseitig der relative Sauerstoffgehalt nach dem Kugelstrahlen bis in 50 μm sowie keramikseitig bis 3 μm im Titan unter dem nach ausschließlichen Abrasivstrahlen mit Edelkorund.

Die Luftseite weist gegenüber der Keramikseite bei beiden Konditionierungsverfahren bis 50 μm im Titan die höheren relativen Sauerstoffgehalte auf.

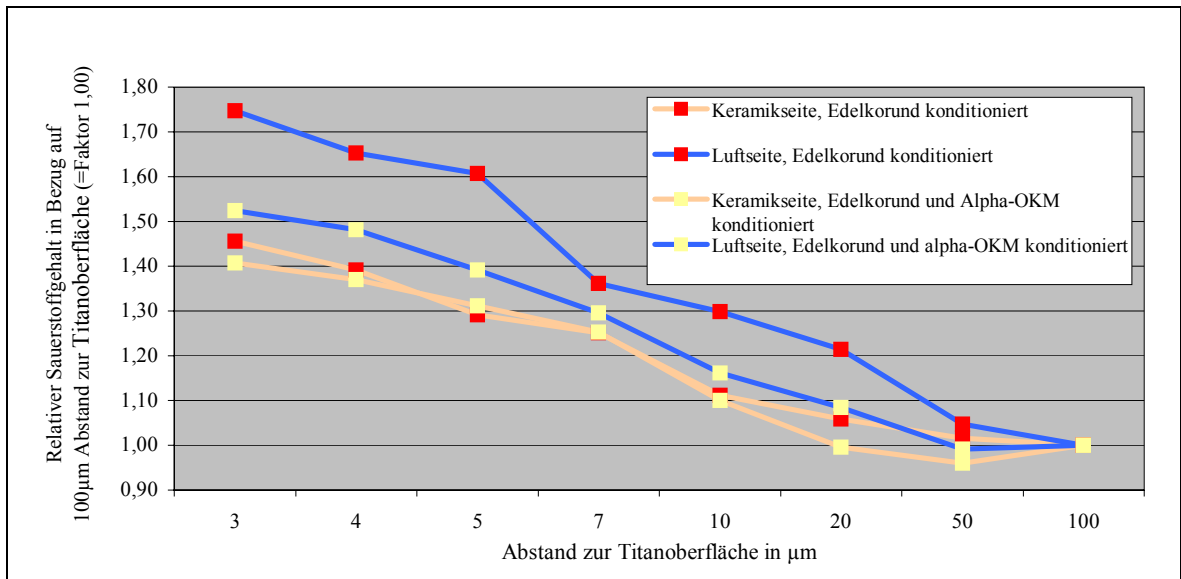


Abb. 42: Sauerstofftiefenprofil beim VITA-System unter Berücksichtigung der Titanoberflächenkonditionierung

Tab. 11: Signifikanzen des relativen Sauerstoffgehalts beim VITA-System

		3 μm	4 μm	5 μm	7 μm	10 μm	20 μm	50 μm	100 μm
Edelkorund/ KS	Edelkorund/ LS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.
α -OKM/ KS	α -OKM/ LS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.
Edelkorund/ KS	α -OKM/ KS	s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	s.	n.s.	n.s.
Edelkorund/ LS	α -OKM/ LS	s.	s.	s.	s.	s.	s.	n.s.	n.s.

$p < 0,05$; Edelkorund = Edelkorund konditioniert; α -OKM = Edelkorund und α -OKM konditioniert; KS = Keramikseite; LS = Luftseite; s. = signifikant; n.s. = nicht signifikant

5.3.3 Charakterisierung des Bruchverlaufs

Da nach dem thermozyklischen Alterungsprozess keine Unterschiede bezüglich des Bruchverlaufs zwischen Titan und Keramik festzustellen waren, beschränken sich die nachfolgenden morphologischen und mikroanalytischen Untersuchungen ausschließlich auf die ungealterten Proben.

5.3.3.1 Makroskopische Untersuchungen

Bei der makroskopischen Beurteilung der Bruchflächenmorphologie sind keine Einflüsse der zwei unterschiedlichen Oberflächenkonditionierungsverfahren feststellbar. Unabhängig vom Strahlverfahren zeigen die Titan- bzw. Keramikseite nach dem Bruch nur in Abhängigkeit vom verwendeten Keramik-System charakteristische Unterschiede. Diese sind in den Abbildungen 43 und 44 dargestellt.

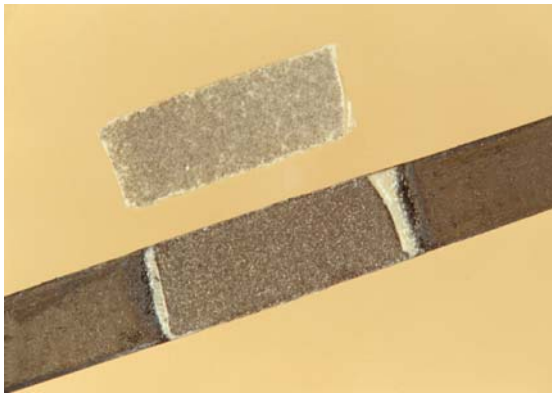


Abb. 43: Bruchflächen beim TRICERAM-System



Abb. 44: Bruchflächen beim VITA-System

Die Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems (Abb. 43) zeigt eine mattgraue Farbe unterschiedlicher Intensität. Keramikreste sind nur im äußersten Randbereich, an den Stellen, wo die keramischen Massen zum unverblendeten Titan hin dünn auslaufen, sichtbar. Große Bereiche von reinem Metall, charakterisiert durch einen Glanz, sind nicht vorhanden. Das Bild spricht für eine Bedeckung des Titans mit Oxiden (mattgrau) in unterschiedlicher Schichtdicke mit Resten der keramischen Massen im Randbereich.

Die korrespondierende Keramikseite (Abb. 43) erscheint ebenso grau und matt. Innerhalb kleiner, punktueller Bereiche, welche zum äußersten Randbereich hin deutlicher werden, scheint die typische Farbe der Keramik hindurch.

Die Charakteristik des Bruches beim VITA-System unterscheidet sich deutlich von den Bruchflächencharakteristiken des TRICERAM-Systems und ist in der Abbildung 44 dargestellt. Die Titanseite nach dem Bruch des VITA-Systems zeigt größere, flächig glänzende Keramikreste, die an das Bild von aufgebrannten Bondermassen erinnern. Außerdem kommen matte, hellgraue Areale vor, die für Titanoxid sprechen. Im Übergangsbereich zum unverblendeten Prüfkörperanteil sind massive, weiße Keramikreste sichtbar, vermutlich Opaker- und Dentinmassen.

Auf der Keramikseite stellen sich neben inhomogen grauen Bereichen, vermutlich Titanoxid, auch weiße Areale dar. Dabei handelt es sich wahrscheinlich um den Opaker mit seiner typischen Farbe. Die Konfiguration dieser Bereiche entspricht den keramischen Anteilen auf der Titanbruchfläche.

Anhand dieser makroskopischen Bruchflächencharakteristiken verläuft die Bruchlinie beim TRICERAM-System vorwiegend im Titanoxid, beim VITA-System einerseits in der Keramik, andererseits auch im Titanoxid.

5.3.3.2 Rasterelektronenmikroskopische und mikroanalytische Untersuchungen

Diese Untersuchungen erfolgten in Abhängigkeit vom verwendeten Keramik-System und vom Oberflächenkonditionierungsverfahren.

TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung

Darstellung und Analyse des Bruchverlaufs im Querschliff

Die korrespondierenden Bereiche beiderseits der Bruchlinie verdeutlichen, dass der Bruch durch die eingeschlagenen Aluminiumpartikel des Strahlmittels, durch die keramischen Massen und durch das massive Titan verläuft. Des Weiteren findet sich abgelöstes Titan, welches beim Strahlvorgang oberhalb von Aluminium-Strahlkörnern zu liegen kommt.

Besonders auffällig ist, dass die dem Bruch zugewandte Keramikoberfläche von einer helleren Schicht überzogen ist, welche unterschiedlich stark ausgebildet erscheint (Abb. 46 Pfeile). Eine Mikroanalyse mittels Mappingverfahren bestätigt, dass es sich dabei um Titan handelt. Solche Bereiche bedecken einen großen Anteil der Keramikseite. Aufgrund dessen, dass es sich um nur geringe Schichtdicken handelt, wird im Folgenden von einem Titanlayer gesprochen.

Die Ursache für den weißen, leuchtenden Streifen auf der Titanseite liegt in den methodischen Besonderheiten der Rasterelektronenmikroskopie begründet.

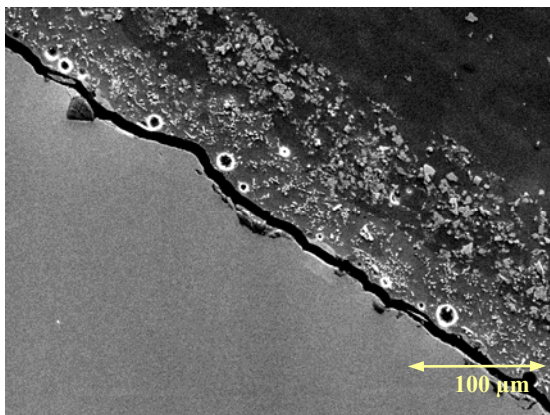


Abb. 45: Bruch-Querschliff, TRICERAM Edelkorund konditioniert (Übersicht)

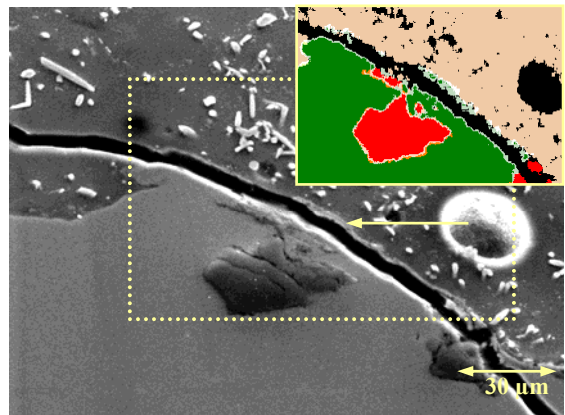


Abb. 46: Bruch-Querschliff, TRICERAM Edelkorund konditioniert (Detail und Mapping)

Darstellung und Analyse der Bruchflächen in der Aufsicht

In der Abbildung 47 ist die Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung des Titans dargestellt. Die Oberfläche ist sehr stark zerklüftet. Vereinzelt sind im Titan Einschlagkrater als Folge des Strahl-

prozesses sichtbar (Abb. 47 Pfeil). Die Detaildarstellung beschreibt diese Morphologie der Titanbruchfläche bei stärkerer Vergrößerung. Dabei liegen die Edelkorund-Strahlkörner als zerstörte Restpartikel auf dem Titan. Die Keramikreste sind im Gegensatz zum Titan glatt und homogen. Sie weisen unterschiedlich große, unregelmäßig verteilte Hohlräume auf, vermutlich Gaseinschlüsse.

Eine Flächenanalyse der Titanseite nach dem Bruch ergab 66,1 Gew.-% Titan, 10,2 Gew.-% Silizium, 16,0 Gew.-% Aluminium und 7,7 Gew.-% restliche Elemente.

Die Abbildung 48 zeigt die Analyse der in Abbildung 47 dargestellten Bruchfläche in Form eines Mappings.

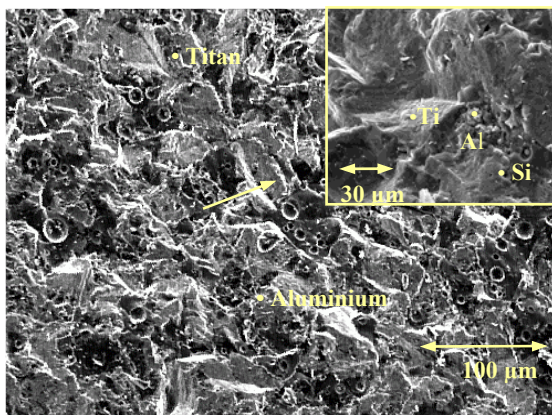


Abb. 47: Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems; Edelkorund konditioniert (Übersicht und Detail)

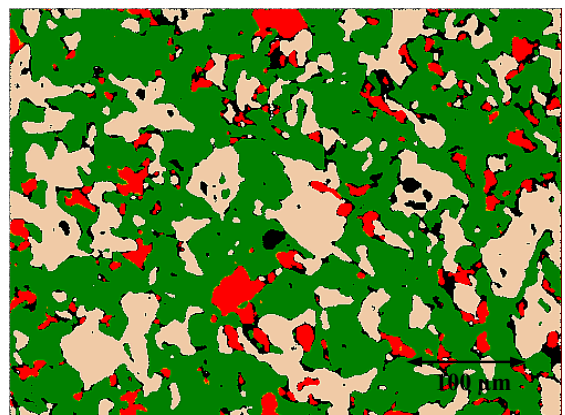


Abb. 48: Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems; Edelkorund konditioniert (Mapping)

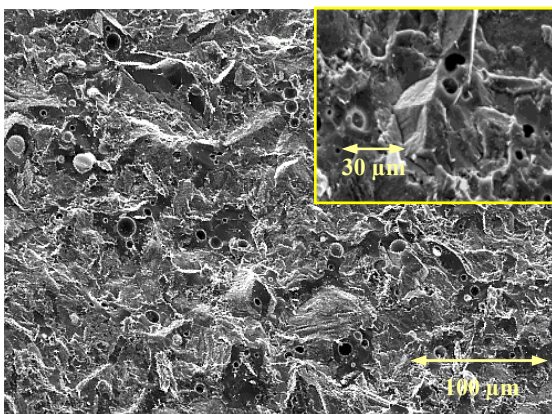


Abb. 49: Keramikseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems; Edelkorund konditioniert (Übersicht und Detail)

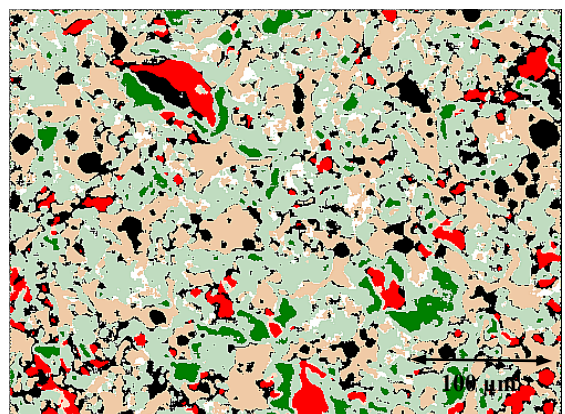


Abb. 50: Keramikseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems; Edelkorund konditioniert (Mapping)

Die Abbildung 49 stellt die keramikseitige Bruchfläche nach Edelkorund-Konditionierung und TRICERAM-Aufbrand in der Übersicht und im Detail dar. Auch die Keramikseite

weist ein stark vergrößertes Oberflächenrelief auf. Erhebungen sowie kraterförmige Einsenkungen sind deutlich sichtbar. Neben der typischen, homogenen Struktur der Keramik mit wenigen Hohlräumen sind viele Bereiche der Keramikbruchfläche inhomogen. Die Analyse mit dem Mapping (Abb. 50) belegt, dass es sich dabei hauptsächlich um Titan handelt, stellenweise von Aluminium durchsetzt. Da die Signale des Titans unterschiedlich stark waren, wurde eine weitere Äquidensitenstufe festgesetzt und diese hellgrün eingefärbt. Dies soll dem Titanlayer (Ti(L)) in den Querschliffen entsprechen.

Die Quantifizierung der Elementverteilung auf der Keramikseite nach dem Bruch mittels Flächenanalyse ergab für Titan 45,3 Gew.-%, für Silizium 22,8 Gew.-%, für Aluminium 15,8 Gew.-% und als Rest 16,1 Gew.-%.

TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Darstellung und Analyse des Bruchverlaufs im Querschliff

Die Übersichtsaufnahme in der Abbildung 50 zeigt, dass die Bruchlinie im Interfacebereich zwischen Titan und Keramik verläuft. Es dominieren Bereiche, in denen die Keramikseite des Bruches, ähnlich wie nach der ausschließlichen Edelkorund-Konditionierung, mit helleren, dünnen Titanresten bedeckt ist (Titanlayer). Dies ist ein Hinweis darauf, dass der Bruch innerhalb des Titans beziehungsweise Titanoxids verläuft. Ebenso auffällig ist, dass der Bruch insbesondere die eingeebneten, locker aufliegenden Titanbereiche über den Aluminium-Partikeln erfasst.

Vereinzelt sieht man im Bonder dunkle runde Hohlräume, die allerdings selten von der Bruchlinie durchzogen sind.

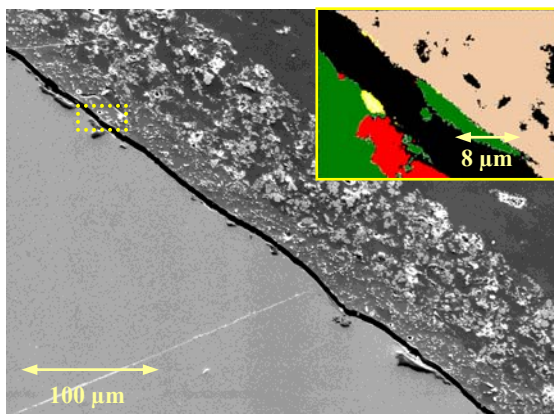


Abb. 51: Bruch-Querschliff, TRICERAM Edelkorund u. α -OKM konditioniert (Übersicht und Detail-Mapping)

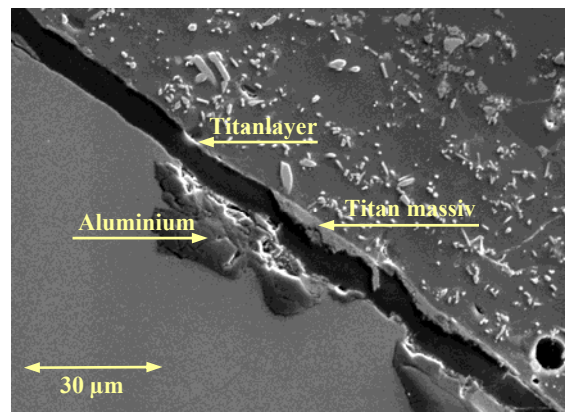


Abb. 52: Bruch-Querschliff, TRICERAM Edelkorund u. α -OKM konditioniert (Detail)

Darstellung und Analyse der Bruchflächen in der Aufsicht

Die Morphologie der Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems nach zusätzlichem Kugelstrahlen (Abb. 53) unterscheidet sich deutlich von der nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung. Die Oberfläche ist weniger zerklüftet, kraterförmige Einsenkungen sind nicht zu finden. Stattdessen zeigt sich eine wellenartige Struktur.

Die Analyse dieses Bruchflächenausschnitts, in Abbildung 54 in Form eines Mappings dargestellt, beschreibt die semiquantitative Elementverteilung auf der Titanbruchfläche. Diese ergibt 57,4 Gew.-% Titan, 4,6 Gew.-% Silizium, 9,0 Gew.-% Aluminium, 8,6 Gew.-% Zirkonium und 20,4 Gew.-% restliche Elemente.

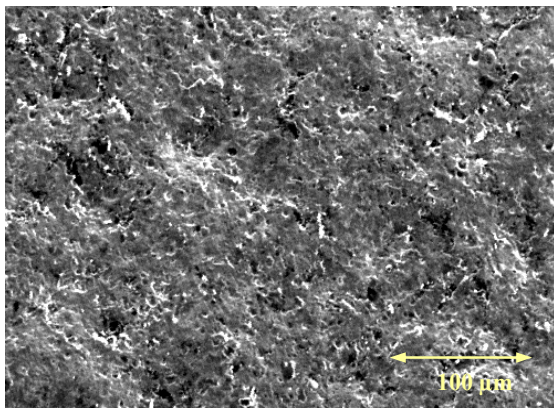


Abb. 53: Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Übersicht)

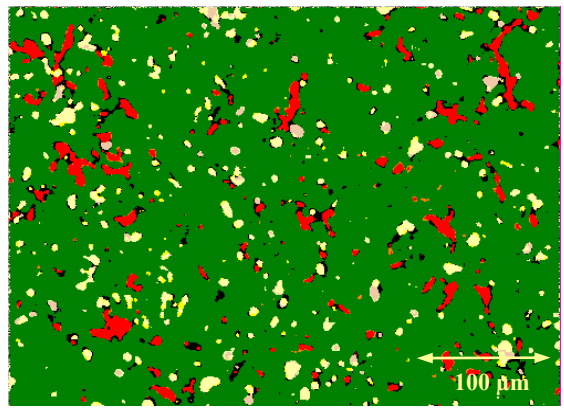


Abb. 54: Titanseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Mapping)

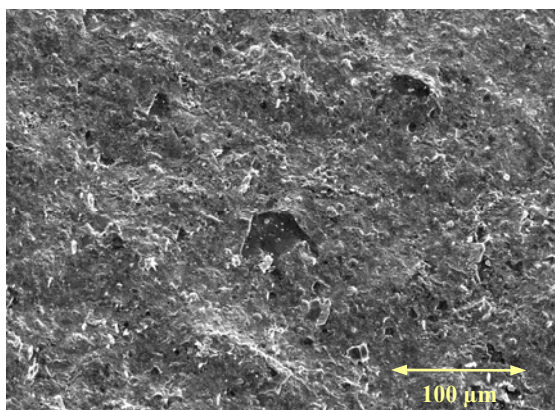


Abb. 55: Keramikseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Übersicht)

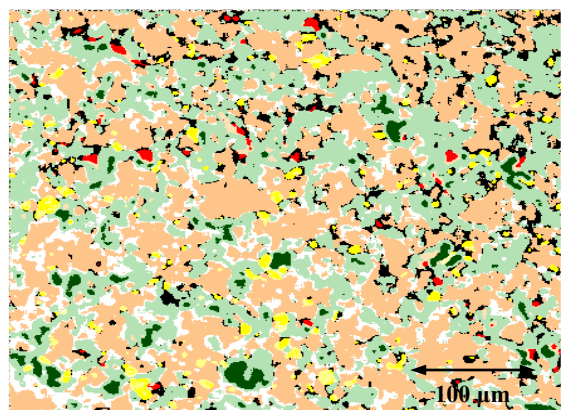


Abb. 56: Keramikseite nach dem Bruch des TRICERAM-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Übersicht)

Die Keramikseite (Abb. 55) ähnelt morphologisch der Titanseite des Bruches. Neben Keramikbestandteilen ist großflächig eine dünne Titanschicht (Titanlayer) vorzufinden. Vereinzelt sind massive Titanreste analysierbar (Abb. 56). Die Flächenanalyse ergibt

folgende Verteilung: 32,8 Gew.-% Titan, 28,0 Gew.-% Silizium, 10,4 Gew.-% Aluminium, 14,1 Gew.-% Zirkonium und 14,7 Gew.-% restliche Elemente.

VITA, Edelkorund-Konditionierung

Darstellung und Analyse des Bruchverlaufs im Querschliff

Der Bruch zwischen Titan und Keramik nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung und VITA-Verblendung verläuft innerhalb einer Probe sehr unterschiedlich, was durch die Übersichtsaufnahme in der Abbildung 57 belegt wird. Auf der Titanseite gibt es Bereiche, die eine Vielzahl von massiven Keramikresten aufweisen. Dies spricht für einen Bruchverlauf innerhalb der Keramik. Dabei sind die charakteristischen Hohlräume innerhalb des Bonders nur selten am Bruch beteiligt (Abb. 57 und 58).

Des Weiteren gibt es aber ebenso häufig Bereiche, in denen auf der Titanoberfläche keine Keramikreste und auf der Keramikseite kein Titan analysiert wurde, ein Hinweis auf einen Bruchverlauf im direkten Grenzbereich zwischen Titan und Keramik, beziehungsweise Titanoxid und Keramik (Mapping Abb. 58).

Weiterhin gibt es einige wenige Areale, bei denen Titan keramikseitig feststellbar ist. Dies ist ein Hinweis auf einen Bruch im Titan beziehungsweise im Titanoxid.

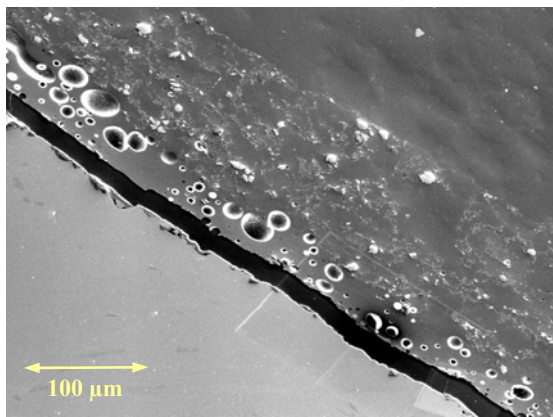


Abb. 57: Bruch-Querschliff, VITA Edelkorund konditioniert (Übersicht)

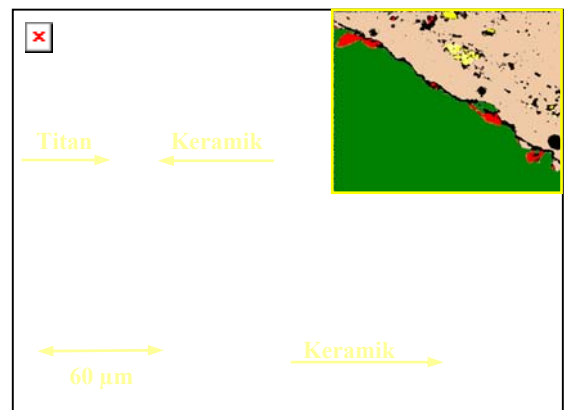


Abb. 58: Bruch-Querschliff, VITA Edelkorund konditioniert (Detail und Mapping)

Darstellung und Analyse der Bruchflächen in der Aufsicht

Die Bruchflächen verdeutlichen den unterschiedlichen Verlauf der Bruchlinie. Titanseitig befinden sich neben großflächigen Bereichen von massiven Keramikresten ebenso keramikfreie Anteile. Die Abbildungen 59 und 60 zeigen einen Übergang zwischen diesen

beiden verschiedenen Charakteristiken auf der Titanbruchfläche. Bezeichnend sind die durch den Bruch erfassten Hohlräume in der Keramik.

Die Flächenanalyse ergab folgende Elementeverteilung: 39,8 Gew.-% Titan, 32,0 Gew.-% Silizium, 11,0 Gew.-% Aluminium und 17,2 Gew.-% restliche Elemente.

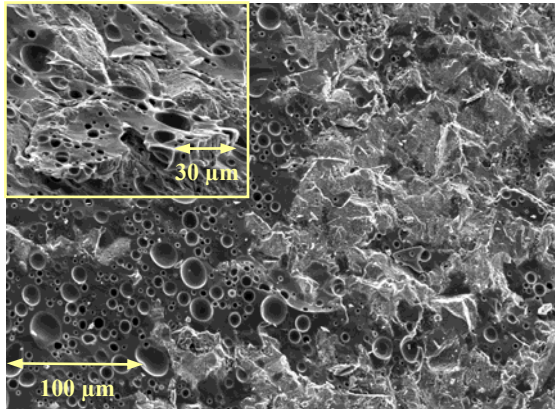


Abb. 59: Titanseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund konditioniert
(Übersicht und Detail)

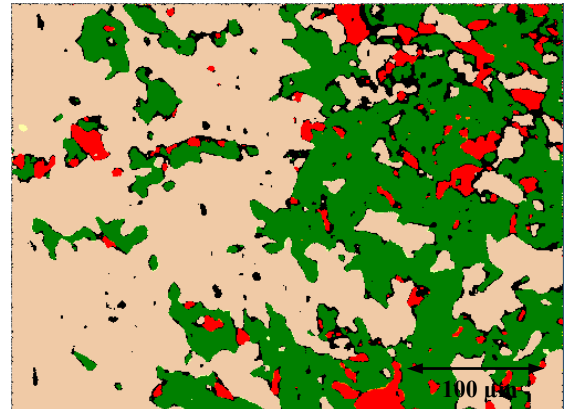


Abb. 60: Titanseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund konditioniert
(Mapping)

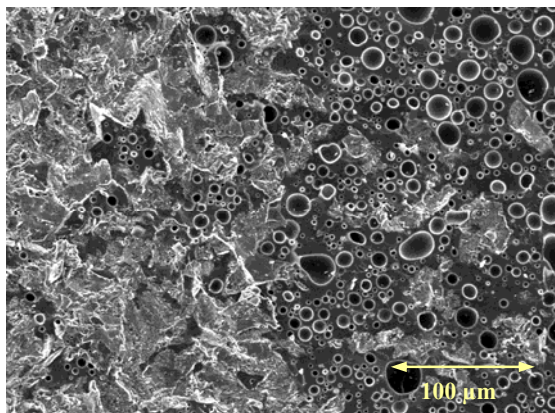


Abb. 61: Keramikseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund konditioniert
(Übersicht)

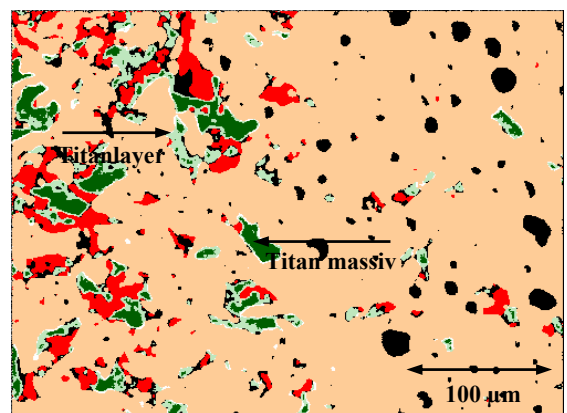


Abb. 62: Keramikseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund konditioniert
(Mapping)

Die Keramikseite nach dem Bruch spiegelt ebenso die Unterschiede im Bruchverlauf wieder (Abb. 61 und 62). Neben Bereichen mit fast ausschließlich keramischen Massen sind Areale zu finden, die massives Titan bzw. dünne Titanschichten (Titanlayer) aufweisen. In der Keramik dominieren vom Bruch erfasste Hohlräume. Nicht zu vernachlässigen ist die große Menge an Aluminium aus dem Strahlgut. Die semiquantitative Elementeverteilung zeigt 23,9 Gew.-% Titan, 40,8 Gew.-% Silizium, 12,4 Gew.-% Aluminium und 22,9 Gew.-% Restelemente.

VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Darstellung und Analyse des Bruchverlaufs im Querschliff

Der Querschliff des Bruches zeigt keramikseitig nur selten Titanreste. Auf der Titanbruchseite sind ebenso nur vereinzelt Keramikreste nachweisbar. Der Bruch verläuft somit charakteristischerweise an der Grenze zwischen Titan beziehungsweise Titanoxid und Keramik. Weiterhin sind Bereiche feststellbar, in denen der Bruch die Keramik erfasst, zum Teil werden die Hohlräume erfasst (Abb. 63 und 64).

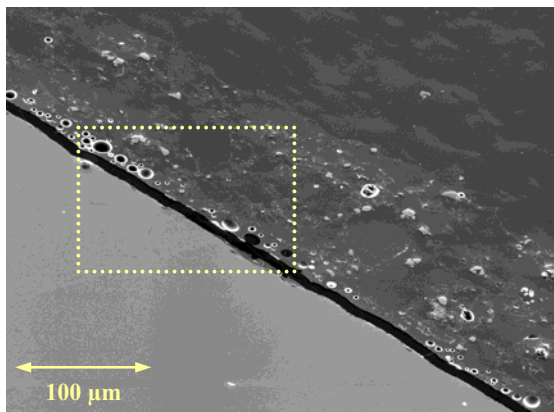


Abb. 63: Bruch-Querschliff, VITA Edelkorund u. α -OKM konditioniert (Übersicht)

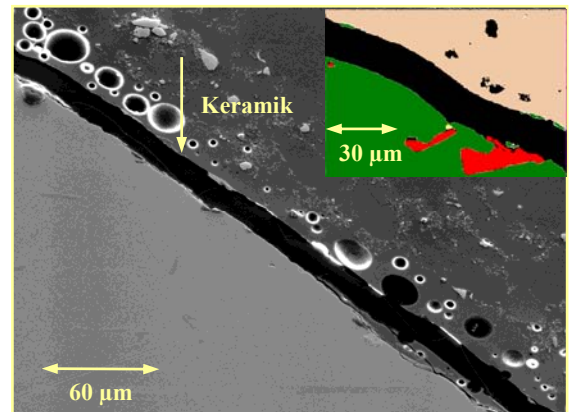


Abb. 64: Bruch-Querschliff, VITA Edelkorund u. α -OKM konditioniert (Detail und Mapping)

Darstellung und Analyse der Bruchflächen in der Aufsicht

Die Titanbruchflächen nach Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung stellen sich ähnlich denen nach ausschließlicher Edelkorund-Konditionierung dar (Abb. 65 und 66). Die quantitative Analyse der Elemente auf den Bruchflächen zeigt jedoch ein deutlich geringeres Vorkommen von Silizium. Dies bestätigt die Aussagen der Bruch-Querschliffe, wonach die Bruchlinie nur selten die keramischen Massen erfasst.

Die untersuchten Elemente verteilen sich wie folgt: 59,1 Gew.-% Titan, 15,0 Gew.-% Silizium, 8,8 Gew.-% Aluminium, 7,2 Gew.-% Zirkonium und 9,9 Gew.-% restliche Elemente.

Die Keramikseite nach dem Bruch zeigt zum einen homogene Bereiche, mit den für den VITA-Bonder charakteristischen Hohlräumen (Abb. 67). Daneben gibt es große Areale, welche erst durch das analysierende Mapping erkennen lassen, dass es sich um keramische Massen handelt (Abb. 68). Massive Titanreste sowie dünne Titanbedeckungen sind nur vereinzelt nachweisbar.

Die quantitative Verteilung der Elemente auf der Keramikbruchfläche beträgt 18,1 Gew.-% Titan, 44,9 Gew.-% Silizium, 9,5 Gew.-% Aluminium, 7,4 Gew.-% Zirkonium und 20,1 Gew.-% restliche Elemente.

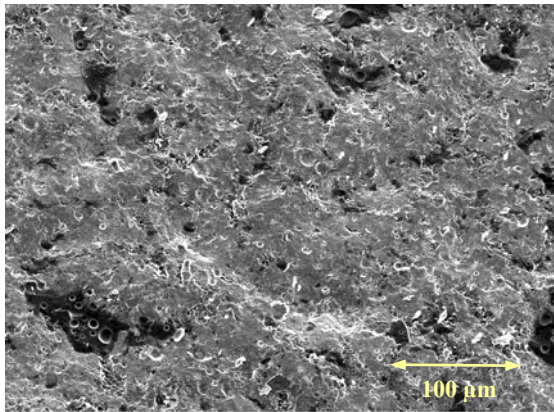


Abb. 65: Titanseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Übersicht)

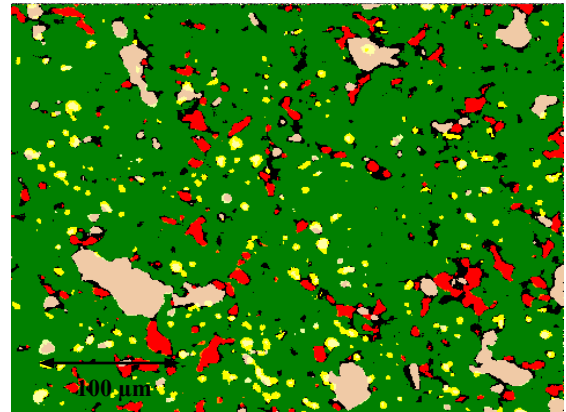


Abb. 66: Titanseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Mapping)

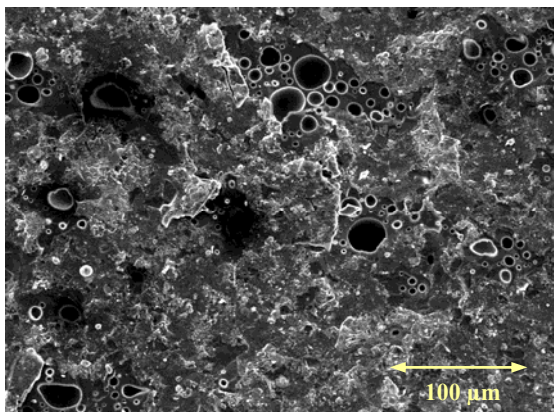


Abb. 67: Keramikseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Übersicht)

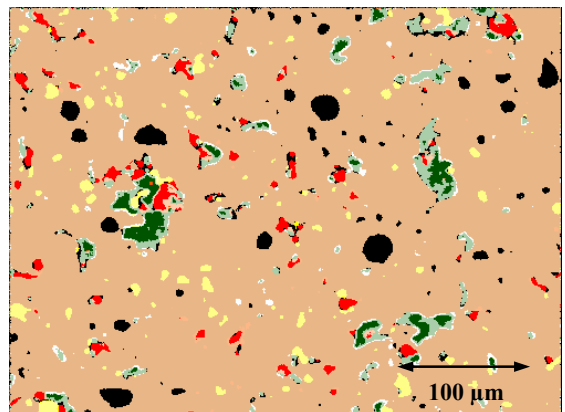


Abb. 68: Keramikseite nach dem Bruch des VITA-Systems
Edelkorund u. α -OKM konditioniert
(Mapping)

5.3.3.3 Einordnung in die Bruchcharakteristiken nach DORSCH

Die Einteilung der Bruchlinienverläufe in die von DORSCH (Dorsch, 1989) aufgestellten Bruchcharakteristiken für metallkeramische Systeme begründet sich zum einen aus den Ergebnissen der makroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen zur Morphologie, zum anderen aus den mikroanalytischen Untersuchungen. Dabei hatten die durch Flächenanalyse ermittelten Elementverteilungen auf den Bruchflächen eine besondere Bedeutung und sollen deshalb tabellarisch zusammengefasst werden (Tab. 12).

Tab. 12: Elementverteilungen auf den Bruchflächen (Gew.-%)

System	Bruchfläche	Ti	Si	Al	Zr	Rest
TRICERAM, Edelkorund- konditioniert	Titanseite nach dem Bruch	66,1	10,2	16,0	-	7,7
	Keramikseite nach dem Bruch	45,3	22,8	15,8	-	16,1
TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM konditioniert	Titanseite nach dem Bruch	57,4	4,6	9,0	8,6	20,4
	Keramikseite nach dem Bruch	32,8	28,0	10,4	14,1	14,7
VITA, Edelkorund - konditioniert	Titanseite nach dem Bruch	39,8	32,0	11,0	-	17,2
	Keramikseite nach dem Bruch	23,9	40,8	12,4	-	22,9
VITA, Edelkorund- und α -OKM konditioniert	Titanseite nach dem Bruch	59,1	15,0	8,8	7,2	9,9
	Keramikseite nach dem Bruch	18,1	44,9	9,5	7,4	20,1

Die Ergebnisse zeigen, dass unabhängig von der verwendeten Titan-Keramik und vom Oberflächenkonditionierungsverfahren die Bruchlinienverläufe in den verschiedenen Versuchsreihen nicht einheitlich verlaufen.

In der Tendenz lässt sich aber feststellen, dass der Bruch beim TRICERAM-System vorwiegend im Titanoxid bzw. zwischen Titan und Titanoxid verläuft. Der hohe Gehalt an Titan auf den Keramikbruchflächen und der niedrige Gehalt an Silizium auf der Titanbruchfläche bestätigen diese Aussage. Die Oberflächenkonditionierung hat hierbei keine besondere Bedeutung. Der nach den makroskopischen Untersuchungen vermutete Bruchlinienverlauf kann somit bestätigt werden.

Beim VITA-System ist die keramische Masse der Schwachpunkt im Verbundsystem. Der Bruch erfolgt vorwiegend im Bonder, insbesondere nach ausschließlicher Oberflächenkonditionierung mit Edelkorund.

6 Diskussion

6.1 Werkstoffe, Prüfkörperherstellung und Probenpräparation

Die Beobachtung von Unverträglichkeitsreaktionen auf metallische Werkstoffe begründet die intensive Suche nach alternativen Materialien in der Zahnheilkunde (Dörfler und Fischer, 1999). Durch den konsequenten Einsatz von Titan, in Verbindung mit einer materialgerechten Verarbeitung, kann solchen Reaktionen entscheidend vorgebeugt werden (Hopp, 2000). Dabei wird kommerziell reines Titan als besonders günstig betrachtet (Pässler und Mann, 1991; Walter und Böning, 1991; Eichner, 1997). Titan wird in Abhängigkeit vom Anteil der zulässigen Verunreinigung mit Sauerstoff und Eisen in 4 Grade eingeteilt, wobei mit steigendem Grad die negativen Eigenschaften zunehmen (Päßler, 1998). Insbesondere beim Guß wird zumeist Titan Grad 1 verwendet, da während der Schmelzphase restliche Luft- und Einbettmassenbestandteile in Spuren aufgenommen werden und das Titan von vornherein in der Gradeinteilung „nach oben“ verschoben wird (Geis-Gerstendorfer, 2003). Die gute Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit denen anderer Untersuchungen (Kvam et al., 1995; Pang et al., 1995; Wiedemann, 1996; Blume et al., 1998; Moritz, 1999; Koke et al., 2003) ist ein weiterer Grund dafür, dass in der vorliegenden Studie Titan Grad 1 verwendet wurde. Einige andere Autoren berichten allerdings auch von Ergebnissen mit Titan Grad 2 (Derand und Hero, 1992; Gilbert et al., 1994; Schwarting, 1998; Cai et al., 2001).

Zur Herstellung von Zahnersatz aus Metall können sowohl Gussverfahren als auch Funkenerosionsverfahren und CAD/CAM-Technologien genutzt werden. Bei konventionellen Legierungen ist die Gusstechnik das Verfahren der Wahl. Auch bei der Anwendung von Titan stehen verschiedene Autoren auf dem Standpunkt, dass individueller Zahnersatz am besten mit Hilfe dieser Technik hergestellt werden kann (Klinger et al., 1991; Berg, 1997). Die Titan-Gusstechnologie weist jedoch einige Besonderheiten und Schwierigkeiten auf, von denen die hohe Schmelztemperatur, die ausgeprägte Reaktivität, die Tendenz zur Porenbildung und das zum Teil unzureichende Ausfließvermögen des Titans am bedeutendsten sind (Ott, 1991; Walter und Böning, 1991; Weber et al., 1992; Kappert, 1994; Sommer, 1994). Wurde in früheren Studien der von konventionellen Legierungen vorgegebene Qualitätsstandard durch gegossenes Titan nicht erreicht (Felthaus und Walter, 1994; Schwarting, 1998), so sind heute die bekannten gusstechnischen Probleme erfolgreich zu beherrschen. Verschiedene Titan-Gießsysteme

befinden sich auf dem Markt und führen zu guten Ergebnissen (Hopp und Lange, 1997; Grycz, 1998; Carlucci, 1999). In der vorliegenden Arbeit wird das BIOTAN-System verwendet, da es in vorangegangenen Untersuchungen anderen Gussystemen überlegen war und auch im Praxisalltag erfolgreich angewendet wird (Fischer, 1996; Wiedemann, 1996; Hasert, 1999).

Die benutzte BIOTAN-2-Einbettmasse wurde bezüglich ihrer Zusammensetzung röntgenmikroanalytisch untersucht. Als Hauptelemente sind Magnesium und Aluminium, daneben aber auch Spuren von Zirkonium, Silizium und Kalzium enthalten. Magnesium und Aluminium bilden in Form ihrer Oxide bei über 800 °C ein Spinell (MgAl_2O_4) aus, was mit einer großen Expansion einhergeht. Durch Oxidation des im Pulver der Einbettmasse beigefügten metallischen Zirkoniums kommt es im Bereich von 600 °C zusätzlich zu einer starken, irreversiblen Ausdehnung. Dies wird für den Ausgleich der Abkühlungsschwindung genutzt (Meyer und Lüthy, 1995). Aluminiumoxid, Calciumoxid, Zirkoniumoxid und Magnesiumoxid könnten ebenso als Refraktäroxide zugesetzt worden sein, um Reaktionen an der Grenzschicht zwischen Titan und Einbettmasse beim Titanguss zu minimieren. Die Freie Bindungsenthalpie ΔG dieser Oxide rechtfertigt diese Vermutung (Brauner, 1992). Der Gehalt an Silizium ist gegenüber herkömmlichen phosphatgebundenen Einbettmassen stark reduziert. Siliziumdioxid (Cristobalit und/oder Quarz) ist für eine reversible thermische Expansion verantwortlich (Meyer und Lüthy, 1995).

Durch die Anwendung dieser Einbettmasse, in Kombination mit einer ringförmigen Anstiftungstechnik, wurden beim Herstellungsprozess der Titanprüfkörper die Empfehlungen mehrerer Autoren berücksichtigt, die dadurch beste Ergebnisse erreichen konnten (Hopp et al., 1995; Lenz und Dietz, 1995). Der Titanguss führt so zur vergleichsweise niedrigsten Aufnahme von Fremdelementen in die Metalloberfläche. Die oberflächlichen Gussstrukturen besitzen nur bis in eine Tiefe von etwa 15 µm geringe Gefügeveränderungen (Lenz, 1997). Zu beachten ist allerdings, dass nur die exakt herstellerekonforme Arbeitsweise mit dem BIOTAN-System zu sehr guten Resultaten führen kann (Brauer und Dralle, 1997).

Bei den verwendeten Titan-Keramiken handelt es sich um zwei aktuell auf dem Markt befindliche Systeme. Die Elementverteilung in den entsprechenden Bondmassen zeigt auffällige Unterschiede im Gehalt von Silizium und Zinn. Silizium stellt zwar in beiden Fällen den Hauptbestandteil dar, allerdings liegt dieser im Falle des VITA-Bonders mit über 60 Gew.-% fast doppelt so hoch wie in der TRICERAM-Titan-Keramik. Im

Gegensatz dazu ist der Gehalt an Zinn beim TRICERAM-Bonder gegenüber dem VITA-System mehr als sechsfach erhöht. Der geringe Kaliumanteil beider Bondersysteme ist typisch für titankeramische Massen, da so der Entstehung von Leuzit entgegengewirkt und der Wärmeausdehnungskoeffizient der Keramik dem des Titans angepasst werden kann (Tinschert et al., 1995). Der Anteil der Elemente Natrium, Kalium und Calcium, die dem Feldspat zuzuordnen sind, ist in der Summe bei beiden Bondermassen etwa gleich (TRICERAM: 21,7 Gew.-%; VITA: 21,3 Gew.-%). Insbesondere beim TRICERAM-System ist der Flussmittelanteil, v.a. von Na_2O , deutlich ausgebildet, wodurch die Sintertemperatur herabgesetzt werden kann (Tinschert et al., 1995). Kaolin wird vorwiegend durch Aluminium repräsentiert. Es reduziert die Transparenz und erhöht die Festigkeit der keramischen Massen. Der bei der TRICERAM-Titan-Keramik besonders hoch ausgeprägte Zinngehalt bestätigt Angaben aus der Literatur, in denen über eine positive Beeinflussung der Haftintensität der dentalkeramischen Massen berichtet wird (Yamamoto, 1986).

Die gebrauchsfertige Konsistenz des VITA-Bonders ist auf den Gehalt an organischen Bestandteilen zurückzuführen. Diese verbrennen während des Brennvorgangs nach Herstellerangaben ohne Rückstände und sind somit nicht nachweisbar.

Die Röntgenmikroanalysen der Opakermassen zeigen als Hauptbestandteil ebenso Silizium. Während der Gehalt im TRICERAM-Opaker etwa dem des TRICERAM-Bonders entspricht, ist er beim Vita-Opaker gegenüber dem VITA-Bonder deutlich reduziert (um etwa 18 Gew.-%). Zinn befindet sich nur im Opaker der VITA-Titan-Keramik und ist dort um etwa 2,5 Gew.-% gegenüber dem Bonder erhöht.

Auch der Gehalt der Feldspatkomponenten (Natrium, Kalium, Calcium), in der Summe der Gewichtsprozentage zwar nahezu gleich, weist in den verwendeten Opakern deutliche Unterschiede auf. In der TRICERAM-Titan-Keramik dominiert das Natrium, bei der VITA-Titan-Keramik das Kalium. Aluminium, Titan, Eisen, Zink und Zirkonium sind den Massen als Trübungsmittel beigesetzt und erfüllen so die eigentliche Funktion des Opakers, das Abdecken des Metalls.

Die Mikroanalyse der keramischen Dentinmassen war nicht Gegenstand der Untersuchungen, da keine Grenzflächenreaktionen mit dem Titan zu erwarten waren.

Der Zustand der Titanoberfläche spielt eine herausragende Rolle für den Verbund zu den keramischen Massen (Cai et al., 2001; Könönen und Kivilahti, 2001). Dies trifft insbesondere auf gegossene Titanrestorationen zu, deren Oberflächen mehr oder weniger stark

durch die so genannte α -case verändert sind. Das konsequente Entfernen dieser Bereiche ist eine Grundvoraussetzung für den sicheren Haftverbund zwischen Titan und Keramik (Derand und Hero, 1992; Tesch et al., 1993). In zahlreichen Untersuchungen wurden zu diesem Zweck abrasive Strahlverfahren eingesetzt (Pröbster et al., 1996; Blume, 1998; Klapper und Gehre, 1998; Atsü und Berksun, 2000; Kvam und Hero, 2001). Neben dem Entfernen der α -case wird durch das Abrasivstrahlen gleichzeitig die Metalloberflächenrauigkeit und damit die mechanische Verbundkomponente zur Keramik gefördert. Dies geht mit deutlich verbesserten Haftfestigkeitswerten des Titan-Keramik-Verbundes einher (Hautaniemi et al., 1992b; Könönen und Kivilahti, 1994; Hofstede et al., 2000).

Der in der vorliegenden Studie als abrasives Strahlmittel verwendete Edelmetall mit einer mittleren Korngröße von 250 μm wird auch von anderen Autoren favorisiert (Blume et al., 1998). Die unerwünschte bleibende Kontamination der gestrahlten Titanoberfläche mit Aluminiumoxid ist bei dieser Partikelgröße vergleichsweise gering. Die in der Titanoberfläche impaktierten Strahlkörperreste sind zwar sehr groß, allerdings ist deren Anzahl und auch die bedeckte Titanoberfläche gegenüber kleineren Strahlkörnern verringert (Papadopoulos et al., 1999). Des Weiteren zeigten Untersuchungen, dass mit einer Reduktion der durchschnittlichen Korundgröße von 250 μm auf 50 μm die Verbundfestigkeit zwischen Titan und Keramik signifikant abnimmt (Derand und Hero, 1992). Es muss allerdings berücksichtigt werden, dass zum Zeitpunkt dieser Untersuchungen nur erste Entwicklungsstufen der Bondermassen zu Verfügung standen.

Durch lichtmikroskopische Voruntersuchungen konnte bestätigt werden, dass die α -case nach dem Strahlen mit 250 μm großem Edelmetall vollständig entfernt ist. Als subjektiver Indikator für die notwendige Strahldauer diene, ebenso wie in der zahntechnischen Praxis üblich, der sichtbare Funkenschlag während des Strahlprozesses.

Über einen positiven Einfluss der mechanischen Oberflächenbearbeitung mittels Edelmetallstrahlung der Korngröße 125 μm gegenüber anderen Korngrößen wird in der Literatur ebenfalls berichtet (Klapper und Gehre, 1998; Rammelsberg und Pospiech, 1998).

Auf einen direkten Zusammenhang zwischen dem Oberflächenkonditionierungsverfahren und dem Oxidationsverhalten des Titans wurde bereits früher hingewiesen. So führt nach Meinung einiger Autoren eine Vergrößerung der Titanoberfläche zu einer verringerten Ausbildung der den Verbund schwächenden, massiven Oxidschicht (Könönen und Kivilahti, 1994).

Mit dem Kugelstrahlen, zusätzlich zum abrasiven Strahlen mit Edelmetall, sollte das Oxidationsverhalten des Titans modifiziert und damit die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit optimiert werden. Die relativ raue Oberfläche nach dem abrasiven Strahlen wird durch die nachfolgende Anwendung des Kugelstrahlmittels wellig eingeebnet, Auflagerungen werden „plattgedrückt“ und metallische Profilerhebungen „umgeklappt“. Die Gesamtoberfläche erscheint gegenüber der Edelmetall-gestrahlten Oberfläche deutlich reduziert. Durch diesen „Schmiedeprozess“ der Strahlkugeln könnte eine strukturelle Veränderung und eine Verdichtung der oberflächlichsten Titanschichten zu erwarten sein, was eventuell mit einer veränderten Oxidschichtbildung der Titanoberfläche beim Brennvorgang einhergehen könnte. Eine alleinige Anwendung dieses Kugelstrahlmittels scheint allerdings nicht Erfolg versprechend zu sein, da die sehr harte oberflächliche Gussreaktionsschicht nicht ausreichend entfernt wird (Lenz et al., 2000).

Die Prüfkörperherstellung richtete sich streng nach den Vorgaben der DIN EN ISO 9693 (Anonymus, 2000) zum Metall-Keramik-Verbund. Das Ausmessen der Prüfkörperdimensionen mit einem digitalen Messschieber und deren Dokumentation sicherte diesen Qualitätsanspruch. Zur Minimierung von methodischen Fehlern wurden ausschließlich Titankörper verwendet, deren Maße innerhalb des Toleranzbereiches lagen. Eventuell notwendige Korrekturen am metallischen Prüfkörperanteil erfolgten mit mittelmäßig verzahnten Hartmetallfräsern und mit einem Nassschleifgerät bei gleichmäßig geringem Anpressdruck. Dies entspricht den Empfehlungen zur Titanbearbeitung in der Literatur (Stoll et al., 1991; Andre et al., 1997; Kantzow, 1997; Bär, 1999).

Zur Simulation von thermischen Belastungen im feuchten Milieu während des Tragens von keramisch verblendetem Zahnersatz in der Mundhöhle wurde eine thermozyklische Alterung durchgeführt. Hierbei handelt es sich um ein sehr häufig angewandtes Verfahren, um die Verbundfestigkeit von Metall-Keramik unter möglichst praxisnahen Bedingungen beurteilen zu können (Moormann, 1994; Blume et al., 1998; Rammelsberg und Pospiech, 1998; Krause, 2001). Das Thermozyklungsverfahren entspricht einer chemisch-mechanischen Prüfung (Göbel und Welker, 1996).

Die Anzahl der Temperaturlastwechsel, denen die Prüfkörper ausgesetzt werden, wird in der Literatur mit 2500 bis zu 80000 angegeben (Wehnert, 1996; Blume et al., 1998; Rammelsberg und Pospiech, 1998; Moormann et al., 2000). In einer Studie von Moormann wurden bei steigender Anzahl der Temperaturlastwechsel sinkende Verbundfestigkeiten festgestellt, wobei die Unterschiede erst ab 20000 TLW gegenüber der Trockenlagerung

signifikant waren (Moormann et al., 2000). Die in der vorliegenden Arbeit eingesetzten 25000 TLW berücksichtigen dies und liegen im mittleren Bereich der Anzahl an Temperaturlastwechseln, die von den oben genannten Autoren angegeben werden.

Zur Beurteilung der Oberflächenzustände des Titans sowie der Verbundzone zwischen Titan und Keramik dienten Querschliffe. Dazu wurden die Proben in Epoxidharz eingebettet. Zu beachten ist, dass das anschließende Schleifen zu Verformungen sowie zur Ausbildung von Verformungsschichten führen kann, wodurch ein Scheingefüge vorgetäuscht werden kann (Peters et al., 1996). Um dem vorzubeugen, erfolgte zum einen der Nassschliff auf SiC-Papier mit stufenweise kleiner werdender Körnung bei geringem Anpressdruck, zum anderen wurden die Proben zusätzlich einer geeigneten Politur unterzogen.

Zur differenzierten Darstellung des Titangefüges wurden bestimmte Querschliffe mit der Farbätzung nach WECK versehen. Nach dieser Ätzung stellen sich die Titan-Kristallite im Lichtmikroskop raumorientierungsabhängig unterschiedlich gefärbt dar (blau bzw. braun). Ebenso können Aussagen über die Schichtdicke der Reaktionsschicht getroffen werden. Sauerstoff- und stickstoffhaltige Bereiche stellen sich weiß dar. Auch in anderen Untersuchungen wurde die Methode nach WECK bereits erfolgreich angewandt (Klapper und Gehre, 1998).

6.2 Methoden und Ergebnisse

6.2.1 Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02)

Gefügeveränderungen im Metall gehen mit veränderten Werkstoffeigenschaften einher. Die Härte ist ein geeigneter Parameter für die Beurteilung solcher Gefügeumbauten, deren Ursachen unterschiedlich sein können. Eine verstärkte Sauerstoffaufnahme kommt indirekt in einer Härtesteigerung des Titans zum Ausdruck (Lenz, 1997; Pässler, 1993). Diese Eigenschaft ist besonders bei gegossenen Titanproben feststellbar, bei denen oberflächennahe Härteprüfungen zu Ergebnissen führen, die über den entsprechenden internationalen Standardwerten liegen. Dies ist neben den Reaktionen mit dem Sauerstoff auf Reaktionen mit dem Tiegelwerkstoff und der Einbettmasse zurückzuführen. (Augthun et al., 1992). Mit diesem Hintergrund wird in der vorliegenden Untersuchung die Mikrohärte als Indikator und Maß für Grenzflächenreaktionen, hauptsächlich mit dem Sauerstoff, gewertet.

Die Oberflächenkonditionierung, vor allem das Kugelstrahlen, ist ein zusätzlicher Aspekt. Durch den Aufbau von Druckspannungen zwischen den Kristalliten kann es zu Veränderungen der oberflächlichsten Randschichten mit Härtesteigerungen kommen (Kaiser, 1993; Scholtes, 1993).

Der Nachweis solcher Gefügeveränderungen durch Härteprüfung ist schnell und effizient möglich, denn der apparative Aufwand ist gering. Die Pyramide als Eindringkörper bei der VICKERS-Härteprüfung liefert unabhängig von der gewählten Prüfkraft stets geometrisch ähnliche Eindrücke (Blumenauer et al., 1994). Beim Vergleich der Messergebnisse mit denen verschiedener anderer Studien muss jedoch die unterschiedliche Belastung der Proben durch das Härtemessgerät berücksichtigt werden. So findet man in der Literatur verschiedene Angaben zur verwendeten Prüfkraft, zum Beispiel 100 p (Böning und Walter, 1991; Pässler et al., 1991), 25 p (Wiedemann, 1996) und 20 p (Lenz und Dietz, 1995; Blume et al., 1998). Mit der in der vorliegenden Studie gewählten MHV 0,02 mit sehr kleinen Prüfkraften (20 p) waren Messungen in sehr geringen Abständen zum Interface realisierbar.

Durch die angewandte Methodik war es möglich, die Auswirkungen verschiedener Faktoren auf die Mikrohärte getrennt zu ermitteln. Mit den ausschließlich oberflächenkonditionierten Titanprüfkörpern waren Härteveränderungen messbar, deren Ursachen im Gussverfahren oder in den jeweiligen Strahlverfahren begründet sind. Durch Messungen an der Luftseite wurden zusätzlich die Einflüsse der Ofenbedingungen beim Keramikbrand aufgezeigt. Die Auswirkungen der keramischen Massen selbst auf die Gefügeeigenschaften des Titans stellten sich auf der Keramikseite dar. Eine achtfache Wiederholung der Messungen an jedem Messpunkt und deren Mittelwertbestimmung präziserte die Ergebnisse. Die Verwendung von polierten Titanoberflächen war eine weitere Voraussetzung, um systemische Fehler zu vermeiden. Drachenförmige Formen des Eindrucks, resultierend aus nicht parallel positionierten Prüfkörperoberflächen, wurden nicht registriert.

Ausgangspunkt für eine Beurteilung der Mikrohärte des Titans waren die Härteverläufe der ausschließlich oberflächenkonditionierten, unverblendeten Proben. Die ermittelten Ergebnisse bestätigen die in der Literatur beschriebene Aufhärtung des Randbereichs von gegossenem Titan, deren Ausmaß und Dimension vom Titan-Gießverfahren, vom Tiegelmateriale, von der Einbettmasse sowie von der Dicke des Gussobjektes beeinflusst wird (Böning und Walter, 1991; Augthun et al., 1992; Lenz und Dietz, 1995; Wang et al.,

1998; Moritz, 1999). Auf eine Charakterisierung der Mikrohärtigkeit des unbehandelten, mit α -case bedeckten Titans, wurde verzichtet, da die Empfehlung, für einen sicheren Verbund diese Schicht zu entfernen (Böning und Walter, 1991; Derand und Hero, 1992), in dieser Arbeit berücksichtigt wurde. Infolge von Restspannungen nach dem Strahlprozess sind Härtesteigerungen von gestrahlten metallischen Oberflächen in der Literatur beschrieben (Cai et al., 2001). Das zusätzliche Kugelstrahlen mit α -OKM führt gegenüber dem ausschließlichen Strahlen mit Edelmetall bis in 10 μm Tiefe erwartungsgemäß zu einem zusätzlichen Härteanstieg der Titanoberfläche. Solche Aufhärtungen durch Kugelstrahlen wurden bereits früher beschrieben (Lenz et al., 2000).

Die zusätzlichen Auswirkungen der Brennbedingungen während des Keramikbrandes, charakterisiert durch die Ergebnisse an der Prüfkörper-Luftseite, sind eher gering. Unabhängig vom Oberflächenkonditionierungsverfahren und vom verwendeten Keramiksystem ändern sich die Mikrohärtigkeitsverläufe gegenüber den unverblendeten Proben nur selten signifikant.

Demgegenüber verringert sich die Härte der oberflächlichsten Titanschichten durch den direkten Kontakt mit den keramischen Massen gegenüber der Luftseite regelmäßig. Diese Ergebnisse deuten auf die von beiden Keramiksystemherstellern propagierten reduzierenden Eigenschaften der keramischen Massen, insbesondere von deren Bondern (Anonymus, 1999a; Anonymus, 1999b). Solche Reduktionen gehen mit einer verminderten Einlagerung von Sauerstoff in die Titanrandschichtbereich und mit einer geringeren Aufhärtung der Oberfläche einher. Aussagen anderer Autoren, die infolge der Keramikbeschichtung Aufhärtungen feststellten, können somit nicht bestätigt werden (Tesch et al., 1993). Möglicherweise sind die verbesserten Eigenschaften der neuesten Keramikmassen die Ursache für diese unterschiedlichen Ergebnisse.

6.2.2 Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit

Die Ergebnisse der Werkstoffprüfung sind eine wesentliche Voraussetzung für einen dauerhaftem klinischen Erfolg beim Einsatz von zahnärztlichen Werkstoffen. In der Literatur werden mehr als 20 verschiedene Prüfmethoden zum Metall-Keramik-Verbund beschrieben (Walther, 1994). Die neueste Vereinbarung zur europaweiten Standardisierung der Prüfung von Metall-Keramik-Systemen in der Zahnheilkunde ist die DIN EN ISO 9693:2000, welche den Status einer Deutschen Norm besitzt. Als Prüfverfahren wird darin die Rissbeginnprüfung nach SCHWICKERATH angegeben (Anonymus, 2000). Wie in vielen vorangegangenen Untersuchungen wurde auch in der vorliegenden Arbeit dieses

Verfahren angewandt (Rosi, 1995; Traub, 1995; Arlom, 1998; Blume et al., 1998; Yilmaz und Dincer, 1999; Atsü und Berksun, 2000). Eine gute Vergleichbarkeit der Ergebnisse, auch zu konventionellen metallkeramischen Systemen, ist daher gegeben. Dieses Prüfverfahren erlaubt neben quantitativen auch qualitative Aussagen über die Haftung der Keramik auf dem Metall (Kappert et al., 1985). Der Versuchsaufbau ist gut reproduzierbar und hat sich in der Praxis bewährt. Durch die Berücksichtigung des E-Moduls der metallischen Basis ist der Test für die verschiedensten Legierungen ($80 \text{ GPa} \leq E_M \leq 220 \text{ GPa}$) geeignet. Das mit Hilfe eines Schreibgerätes aufgezeichnete Kraft-Weg-Diagramm ermöglicht ein exaktes Bestimmen der Bruchkraft (F_{Fail}), welche durch das erste Maximum nach dem steilen Anstieg gekennzeichnet ist.

Die ausgeprägte Reaktivität des Titans mit der umgebenden Atmosphäre während des Brennprozesses bedingt gravierende Veränderungen der Eigenschaften dieses Materials. Auch die Größe des Elastizitätsmoduls ist sehr stark von diesen Reaktionen mit der umgebenden Materie abhängig. Um dieser Tatsache gerecht zu werden, wurde für die Bestimmung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit nicht ein einheitlicher E-Modul verwendet, sondern stattdessen jeder Prüfreihe der selbst gemessene Mittelwert zugeordnet. Die Bestimmung der E-Moduln mit der Drei-Punkt-Biegeanordnung ist ein gängiges Verfahren. Dabei wurde unter Beachtung des Hookschen Gesetzes streng im elastischen Bereich gearbeitet. Der E-Modul wurde an Titanplättchen ermittelt, die durch den Verlust der Keramik bei der Drei-Punkt-Biegebelastung entstanden waren. Damit waren sie analogen Bedingungen während der Oberflächenkonditionierung und des Keramikbrandes ausgesetzt. Kritisch ist allerdings das Problem der noch anhaftenden keramischen Reste zu betrachten, welche die Ergebnisse beeinflussen könnten. Besser wäre es, unverblendete Titanprüfkörper, die den Brennbedingungen im Ofen ausgesetzt waren, für die Messungen heranzuziehen.

Bei der Bestimmung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit mit der Drei-Punkt-Biegeanordnung muss beachtet werden, dass es an den Endpunkten der Keramikverblendung infolge der Belastung, aber auch aufgrund von thermischen Spannungszuständen, zu besonders hohen Spannungskonzentrationen kommt (Lenz und Kessel, 1998).

Kritisch muss weiterhin die grafische Bestimmung des k-Wertes (Koeffizient, als Funktion der Dicke des Metallgerüsts d_M und des Elastizitätsmoduls E_M) betrachtet werden. Um Ungenauigkeiten beim Ablesen aus dem Diagramm auszuschließen, wurde die Bruchkraft zusätzlich mit Hilfe des Flussdiagramms numerisch bestimmt. Dabei traten allerdings

keine signifikanten Unterschiede zum herkömmlichen Verfahren mittels grafischer k-Wert-Ermittlung auf.

Ein wesentliches Ziel der Untersuchungen war es, durch unterschiedliche Oberflächenkonditionierungsmethoden eine Verbesserung der Festigkeit des Verbundes zwischen Titan und Keramik zu erzielen. Dabei fanden zwei spezielle Titan-Keramik-Systeme Berücksichtigung, die außerdem einer thermozyklischen Alterung unterzogen wurden. Das TRICERAM-System befindet sich erst seit März 1999 auf dem Markt. Andernorts durchgeführte Untersuchungen dazu fehlen, was die Vergleichsmöglichkeiten einschränkt. Deshalb müssen die Ergebnisse denen anderer Systeme gegenübergestellt werden. Zur VITA-Titan-Keramik liegen ausreichend Literaturangaben vor, wobei allerdings nur selten der gebrauchsfertige Pastenbinder verwendet wurde (Blume et al., 1998; Rammelsberg und Pospiech, 1998).

Damit ein Metall-Keramik-Verbundsystem in der zahnärztlichen Praxis zur Anwendung kommen darf, muss es im Drei-Punkt-Biegeversuch nach Schwickerath die in der DIN EN ISO 9693 festgelegte Mindestanforderung an die Verbundfestigkeit von 25,0 MPa erreichen (Anonymus, 2000). Wird dieser Wert nicht erzielt, ist die untersuchte Kombination Legierung-Keramik als klinisch nicht geeignet anzusehen.

In der vorliegenden Untersuchung erreichten alle nach Herstellerangaben erzeugten Prüfkörper diesen geforderten Mindestwert. Dabei lagen die Mittelwerte beim TRICERAM-System über denen des VITA-Systems. Die von BLUME et al. ermittelten Verbundwerte mit dem gebrauchsfertigen Pastenbinder der VITA-Keramik konnten nicht erreicht werden. Auch wurden mit keiner der beiden aktuellen Titan-Keramiken die von ihnen für das DUCERATIN- beziehungsweise TiBOND-System angegebenen Verbundfestigkeiten erzielt (Blume et al., 1998). Die Ergebnisse anderer Autoren, unter Verwendung des VITA-Systems, liegen ebenfalls über den hier ermittelten Ergebnissen (Arlom, 1998; Yilmaz und Dincer, 1999).

Dagegen konnten die Ergebnisse von ATSÜ und BERKSUN, die bei der Verwendung spezifischer titankeramischer Massen die Mindestanforderung von 25,0 MPa nicht erreichten, deutlich übertroffen werden (Atsü und Berksun, 2000). Die von RAMMELBERG und POSPIECH mitgeteilten Verbundfestigkeiten liegen auch unter den hier erzielten Werten, wobei ebenfalls der neuartige VITA-Pastenbinder verwendet wurde (Rammelsberg und Pospiech, 1998). Die von NERGIZ et al. angegebenen Ergebnisse zur

Scherfestigkeit von Keramikverbunden an gegossenem Titan befinden sich im Bereich der hier ermittelten Werte (Nergiz et al., 1999).

Gegenüber konventionellen Legierungen liegen die Verbundfestigkeiten der untersuchten Titan-Keramik-Systeme unter den dort ermittelten Werten (Lenz et al., 1995; Arlom, 1998). NERGIZ et al. erzielten mit dem Verbundsystem Degudent U/Vita VMK 68 eine fast doppelt so große Scherverbundfestigkeit wie mit titankeramischen Systemen (Nergiz et al., 1999).

Unabhängig vom Keramiksistem sind die Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten nach der modifizierten Titanoberflächenkonditionierung durch zusätzliches Kugelstrahlen, gegenüber den nach Herstellerangaben nur mit Edelmetall konditionierten Versuchsreihen, reduziert. Dabei liegen auch hier die Ergebnisse bei der Verwendung des TRICERAM-Systems über denen des VITA-Systems. Durch die Verringerung der Metalloberflächenrauigkeit ist die Anzahl der mechanischen Retentionsmöglichkeiten reduziert. Die infolge des Kugelstrahlens erwartete Verdichtung und Aufhärtung des Titans, einhergehend mit reduzierten Oxidationsvorgängen scheint eine eher untergeordnete Rolle zu spielen. Dies bestätigt Aussagen, nach denen die mechanische Verbundkomponente entscheidend ist (Walter und Böning, 1991; Rammelsberg und Pospiech, 1998).

Die Auswirkungen des künstlichen Alterungsverfahrens stehen im Einklang mit Vergleichsstudien, in denen bei 20000 Temperaturlastwechseln eine signifikante Abnahme der Haftfestigkeitswerte festgestellt wurde (Moormann et al., 2000). Die thermozyklische Alterung führt beim VITA-System nach zusätzlichem Kugelstrahlen sogar dazu, dass die geforderte Mindestnorm von 25,0 MPa nicht erfüllt wird. Auch die Wiederholung der Messreihe brachte kein anderes Ergebnis. Es zeigt sich, dass der Titan-Keramik-Haftverbund, auch bei der Verwendung aktueller Keramiken mit modernen Bondermassen, infolge zyklischer Temperaturlastwechsel an Haftfestigkeit verliert. Die Ursache dafür wird in der hohen Sauerstoffaffinität des Titans gesehen, in deren Folge die Titan-Keramik-Kontaktzone auch nach Abschluss des keramischen Brennvorgangs weiteren Oxidationsvorgängen zu unterliegen scheint. Als Sauerstoffdonator könnten die keramischen Massen dienen. Diese Vermutung wird auch durch andere Autoren bestätigt (Adachi et al., 1990; Moormann, 1993; Wehnert et al., 1998). Die Folge dieser fortschreitenden Oxidationsvorgänge sind schuppig-kristalline und spröde Zwischenschichten, in denen der Verbund versagt. Das Reduktionsvermögen der Bondermassen scheint diese Vorgänge nicht ausreichend eindämmen zu können.

Im Gegensatz zu den hier vorliegenden Ergebnissen ermittelte PRÖBSTER im Bereich niedriger Temperaturlastwechsel für einige Titan-Keramik-Systeme statistisch nicht signifikant zunehmende Haftfestigkeitswerte (Pröbster et al., 1996). Dies kann in der geringen Zahl der Temperaturlastwechsel begründet sein, denn auch MOORMANN stellte bei wenigen (2500) Lastwechseln in einigen Fällen verbesserte Haftfestigkeiten fest, wobei keine Angaben über Signifikanzen gemacht wurden und große Messwertstreuungen angegeben werden (Moormann et al., 2000). BLUME et al. fanden keinen signifikanten Einfluss von 5000 Temperaturlastwechseln auf die Verbundfestigkeit von Titan und Keramik (Blume et al., 1998).

6.2.3 Röntgenmikroanalyse der konditionierten Titanoberflächen

Strahlverfahren stellen heute die Methode der Wahl bei der Konditionierung von Titanoberflächen für die keramische Verblendung dar. Eine kritische Betrachtung führt allerdings zu der Erkenntnis, dass insbesondere das Strahlen mit Edelmetall eine Titanoberfläche hinterlässt, die einen optimalen Verbund zur Keramik nicht gewährleisten kann. Es finden sich Kavernen, die durch außerordentlich hohe Aluminiumkonzentrationen auffallen (Moormann, 1993; Gilbert et al., 1994). Gemäß den Ergebnissen der thermodynamischen Kalkulationen ist mit einer Übernahme des Sauerstoffs der Strahlpartikel in das Titangitter zu rechnen. Das Resultat ist eine Voroxidation der Titanoberfläche mit der Ausbildung von Aluminiumaggregaten, die chemisch nicht mit dem Titan verbunden, sondern nur mechanisch in die Titanoberfläche impaktiert sind (Wehnert et al., 1998). Die tatsächliche Größe der Titanoberfläche, die mit der keramischen Masse einen sicheren Verbund eingehen kann, wird dadurch stark limitiert (Gilbert et al., 1994). Weil der chemische Verbund zwischen Titan und Keramik fester ist als der zwischen Aluminium und Keramik, ist davon auszugehen, dass mit steigender Oberflächenbedeckung des Titans durch Aluminium der Verbund zur Keramik zunehmend geschwächt wird (Fujishima et al., 1997).

Entsprechend diesen Erfahrungen aus der Literatur, ist auch in der vorliegenden Studie festzustellen, dass die Titanoberfläche durch den Strahlprozess mit Edelmetall massiv mit Aluminium bedeckt ist. Kritisch muss betrachtet werden, dass bei den durchgeführten Mikroanalysen der Sauerstoff nicht in die Messungen einbezogen wurde. Deshalb können keine Aussagen darüber getroffen werden, ob es sich um elementares Aluminium oder um Aluminiumoxid handelt.

Die Flächenanalysen der ausschließlich Edelmetall-konditionierten Oberfläche ergaben einen Titanrestanteil von nur noch etwa 83 Gew.-%, bei einem Bedeckungsgrad mit Aluminium von etwa 16 Gew.-%. Dieser Wert bestätigt die Ergebnisse einer anderen Studie, in der in Abhängigkeit vom Strahldruck Werte von etwa 13 At.-% bis 24 At.-% Aluminium angegeben werden (Darvell et al., 1995). Die Tatsache, dass die Angaben in At.-% gemacht wurden, hat dabei keine wesentliche Bedeutung. Ein Kontaminationsgrad des Titans von etwa 30 Gew.-% Aluminium, wie er in einer weiteren Untersuchung angegeben wird, konnte nicht bestätigt werden (Papadopoulos et al., 1999). Allerdings werden in keiner der Vergleichsstudien genaue Angaben zur Strahldauer gemacht.

Durch das anschließende Kugelstrahlen mit α -OKM resultieren zwar geringere Aluminiumgehalte auf der Oberfläche (etwa 6 Gew.-%), allerdings bleibt der Gehalt der Oberfläche an Titan mit etwa 82 Gew.-% nahezu gleich. Das Zirkonium, als Hauptbestandteil des Kugelstrahlmittels, ist hier zusätzlich auf der Oberfläche nachweisbar (etwa 9 Gew.-%).

Bei den Ergebnissen ist zu berücksichtigen, dass der Elektronenstrahl bis zu 2 μm Tiefe in die untersuchte Oberfläche eindringt und somit diese tieferen Bereiche mit erfasst.

6.2.4 Sauerstofftiefenprofil im Titan

Die massive Oxidation des Titans stellt eines der Hauptprobleme der keramischen Titanverblendung dar. Je stärker die Oxidschicht im Interface-Bereich zwischen Titan und Keramik ausgebildet ist, desto geringer ist deren Verbundfestigkeit einzuschätzen (Hautaniemi et al., 1992a). Durch die Anwendung geeigneter Bondersysteme versuchen die Hersteller diesem Problem entgegenzuwirken (Marx und Baumann, 1992; Anonymus, 1999a; Anonymus, 1999b).

Auch wenn verschiedene Oxide (TiO_2 , TiO , Ti_2O_5) an der Ausbildung der Oxidschicht beteiligt sein können, so scheint das Rutil (TiO_2) mengenmäßig zu überwiegen (Küpper und Spiekermann, 1992).

Über die Dicke der Oxidschichten gibt es keine verlässlichen Daten. Einige Autoren sprechen von 2-5 nm (Martin und Schwartz, 1995), andere Autoren berichten, dass sich nach etwa zwei Stunden ein etwa 17 Å dicker Oxidfilm bildet, welcher sich nach etwa 40 Tagen verdoppelt (Rüdinger et al., 1983). Häufig wird der Sauerstoffgehalt in der Titan-Grenzzone nicht direkt angegeben, sondern als Restelement aufgeführt, da er mit den Analysesystemen, die von den jeweiligen Autoren benutzt wurden, nicht nachweisbar war.

Ein Anstieg der Sauerstoffkonzentration in der Kontaktzone wird beispielsweise aus dem Rückgang der Gesamtelementkonzentration hergeleitet (Eliades, 1995). Dabei werden Sauerstoffkonzentrationen von ca. 5-8 % festgestellt. Andere Autoren geben 10-20 % Oxidanteile an (Könönen und Kivilahti, 1994).

Aufgrund der eingeschränkten Sauerstoffdiffusion in der Tiefe des Titans kommen dort die Oxidationsvorgänge zum Erliegen (Küpper und Spiekermann, 1992). Deswegen wurden in der vorliegenden Studie nicht die absoluten, sondern deren relativen Sauerstoffgehalte, bezogen auf 100 μm Tiefe im Titan bestimmt. In dieser Tiefe sind keine Reaktionen mit dem Umgebungssauerstoff zu erwarten. Der Referenzwert wurde auch aufgrund der Ergebnisse der Mikrohärtemessungen auf 100 μm Tiefe festgelegt, da dort keine absoluten Härteveränderungen feststellbar waren. Der Zusammenhang zwischen Sauerstoffaufnahme bei hohen Temperaturen und auftretenden Oberflächenaufhärtungen ist bekannt.

Das relative Sauerstofftiefenprofil ist eine ergänzende Informationsquelle für abgelaufene Grenzflächenreaktionen. Durch die Erweiterung des Messbereichs auf minimal 3 μm Abstand zur Titanoberfläche sind gegenüber der Mikrohärtemessung weitere Aussagen zum Interfacebereich möglich.

Bei der Analyse des Sauerstoffgehaltes im Titan in Abhängigkeit vom Abstand zur Titanoberfläche ist zu berücksichtigen, dass der einwirkende Elektronenstrahl keine absolut punktgenaue Analyse erlaubt. Stattdessen wirkt eine so genannte „Messbirne“ auf das Objekt ein, welche ein relativ großes Areal mit einem Durchmesser bis zu 2 μm erfasst. Um bei den Messungen Fehlinterpretationen im Interfacebereich zwischen Titan und Keramik zu vermeiden, wurden deshalb erst die Ergebnisse ab 3 μm Abstand zur Titanoberfläche herangezogen.

Der relative Sauerstoffgehalt steigt in beiden Keramiksyste men zur Titanoberfläche hin an. Die Frage nach der Herkunft des Sauerstoffs lässt sich jedoch nur spekulativ beantworten. Mehrere Autoren sind der Meinung, dass im Wesentlichen das Siliziumdioxid als Hauptbestandteil der keramischen Bondermassen als Sauerstoffdonator fungiert (Adachi et al., 1990; Moormann, 1993; Wehnert et al., 1998). Dabei entstehen neben Titan-Silizium-Mischoxiden thermodynamisch stabile Titanoxide. Andere Bonderbestandteile könnten zwar ebenso als Sauerstofflieferant wirken, allerdings ist deren Bedeutung energetisch gesehen untergeordnet. Diese Reaktionen sind auf die thermische Energiezufuhr beim Brennvorgang angewiesen (Wehnert et al., 1998).

Die Oberflächenkonditionierung mittels Edelmetallstrahlen spielt für die Oxidationsvorgänge eine zusätzliche Rolle. Die Oxidation der Titanoberfläche beim Auftreffen der Edelmetallpartikel während des Strahlens ist in thermodynamischen Simulationsrechnungen eine endotherme Reaktion. Die notwendige Energie für die Auslösung des Zerfalls des Strahlkornes in Aluminium und Sauerstoff kann allerdings durch den Verlust der hohen kinetischen Energie beim Auftreffen auf die Titanoberfläche geliefert werden. Der Zerfall der dabei kurzzeitig entstehenden Titan-Aluminium-Verbindung ist eine exotherme Reaktion, welche ihrerseits die notwendige Energie zum weiteren Zerfall von Aluminiumoxid und zur Oxidation der Titanoberfläche liefert. Somit läuft diese Reaktion auch bei fehlender weiterer Energiezufuhr durch kinetischen Energieverlust und bei Raumtemperatur ab, was aus der negativen Gesamtreaktionsenthalpie hergeleitet werden kann (Wehnert et al., 1998).

Weil die relativen Sauerstoffgehalte im oberflächennahen Bereich der Keramikseite gegenüber der Luftseite verringert sind, können reduzierende Eigenschaften der Bondermassen abgeleitet werden.

Die Gegenüberstellung der relativen Sauerstoffgehalte im Titan nach den verschiedenen Oberflächenkonditionierungsverfahren zeigt keine Regelmäßigkeiten. Das Ziel der Anwendung des Kugelstrahlenverfahrens, durch eine Verringerung der Titanoberfläche sowie durch eine strukturelle Veränderung und Aufhärtung der oberflächlichsten Bereiche die Oxidationsvorgänge zu minimieren und damit die Verbundfestigkeit zu verbessern, konnte somit nicht erreicht werden.

Die Ergebnisse erfordern weitergehende Untersuchungen vor allem im Hinblick darauf, wie sich der Sauerstoffgehalt nach dem angewandten Konditionierungsverfahren und nach dem Keramikbrand im direkten Vergleich verändert.

6.2.5 Charakterisierung des Bruchverlaufs

Nach der Zerstörung von metallkeramischen Systemen kann man 4 verschiedene Bruchcharakteristiken unterscheiden, welche es erlauben, Rückschlüsse auf die Qualität des Verbundes zu ziehen (Dorsch, 1989).

In der vorliegenden Arbeit ermöglichen die makroskopischen Untersuchungen der Bruchflächen eine erste Zuordnung zu den verschiedenen Bruchcharakteristiken. Stellte sich die Bruchfläche in dieser Übersichtsdarstellung nicht einheitlich dar, so konnte dies in den folgenden elektronenmikroskopischen und röntgenmikroanalytischen Betrachtungen berücksichtigt werden.

Die Rasterelektronenmikroskopie ist ein in der Metallographie etabliertes Verfahren. Sie zeichnet sich durch eine hohe Auflösung und Tiefenschärfe aus. Gegenüber der Lichtmikroskopie ist der mögliche Vergrößerungsbereich erhöht und durch die Wechselwirkung mit Elektronen statt mit Lichtquanten können völlig neue und spezifische Informationsgehalte erzielt werden. Die Rasterelektronenmikroskopie erlaubt neben einer deskriptiven Auswertung, insbesondere von rauen Oberflächen, auch eine qualitative und quantitative Analyse der zu untersuchenden Strukturen (Paul, 1991). Verschiedene Analyseverfahren stehen dabei zur Verfügung, deren Auswahl in der vorliegenden Arbeit durch das Ziel und die Problemstellung der Analyse bestimmt wurde.

Bei der Beurteilung der verschiedenen Bruchcharakteristiken wird die Haftung als negativ bezeichnet, wenn die Trennung zwischen Metall und Metalloxid erfolgt. Im Gegensatz dazu ist der Verbund als positiv zu bewerten, wenn die Bruchlinie zwischen dem Metalloxid und der Keramik verläuft. In diesem Falle ist das Oxid nahezu komplett verglast und die Keramik mechanisch und chemisch in dem Metalloxid verankert (Dorsch, 1987).

Bei den in dieser vorliegenden Arbeit untersuchten Systemen ist eine Zuordnung zu einem alleinigen Bruchtyp nicht möglich. Die Bruchlinie verläuft nicht über die gesamte Verbundzone gleich. Unterschiede zwischen den gealterten und den ungealterten Prüf-reihen bestehen allerdings nicht. Auch haben die unterschiedlichen Oberflächen-konditionierungsverfahren keinen direkten Einfluss auf die Zuordnung zu den Bruch-charakteristiken.

Trotzdem muss die Auswirkung des Oberflächenkonditionierungsverfahrens, insbesondere des Strahlens mit Edelmetall, als ein zusätzlicher Aspekt in die Darstellung der Bruchmechanismen aufgenommen werden. Auftreffende Aluminiumoxidpartikel werden in das Titan eingeschlossen und durch nachfolgend einwirkendes Strahlmittel mit Titan bedeckt. Dieses Titan liegt nur lose auf der Oberfläche und löst sich beim Bruch sehr leicht ab. Die Bruchlinie verläuft in diesen Situationen somit zwischen Titan beziehungsweise Titanoxid und den Resten der Strahlpartikel.

Einen direkten Zusammenhang zwischen den Bruchcharakteristiken und den Ablöse-/Rissbeginn-Festigkeiten läßt die Abbildung 69 erkennen.

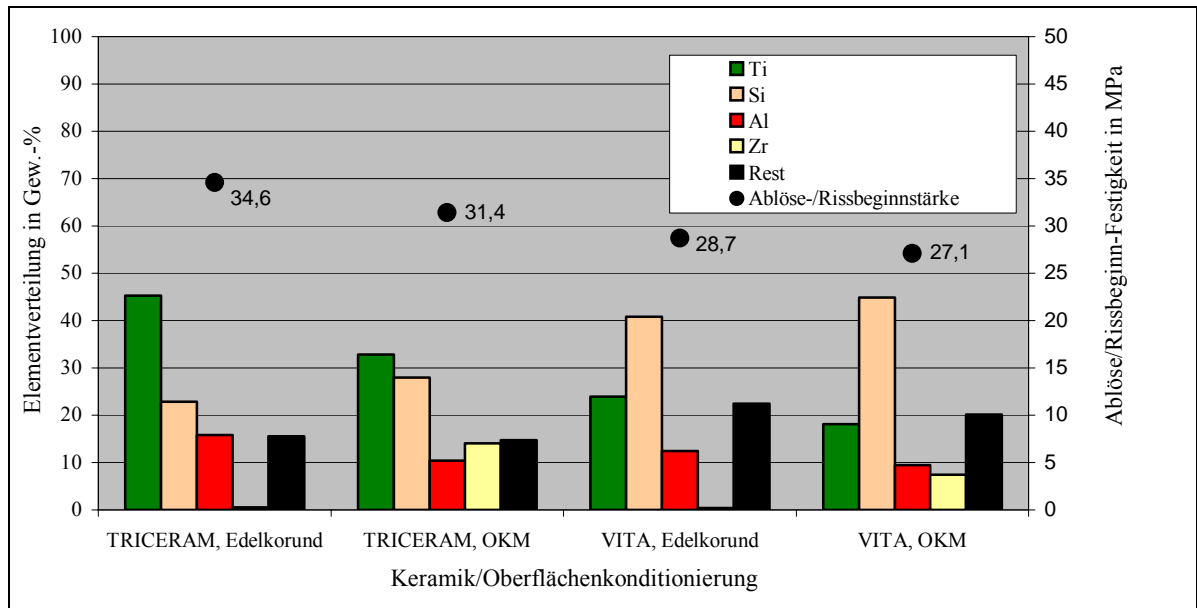


Abb. 6: Zusammenhang zwischen Elementverteilung auf Keramikbruchflächen (Gew.-%) und Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten
Edelkorund = Edelkorund-konditioniert; OKM = Edelkorund und α -OKM-konditioniert

Die durch Flächenanalysen ermittelte Elementverteilung auf den Keramikbruchflächen zeigt eine charakteristische Korrelation mit der entsprechenden Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit. Mit steigendem Titananteil beziehungsweise sinkendem Siliziumanteil geht eine Steigerung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit einher. Das Silizium entspricht dem so genannten Leitelement der Keramik. Ob es sich um elementares Titan oder um Titanoxid handelt, lässt sich mit dem quantitativen Flächenanalyseverfahren nicht bestimmen. Dazu dienen stattdessen andere, qualitative Analyseverfahren. Mappings angebrochener Prüfkörper im Querschliff, aber auch Mappings der Keramikseite nach dem Bruch in der Aufsicht, zeigten unterschiedlich starke Titansignale an. Dadurch war es möglich, eine zusätzliche hellgrüne Äquidensitenstufe festzulegen, die den schwächeren Signalen entsprechen soll. In den bisherigen Erläuterungen wird von einem so genannten Titanlayer gesprochen. Eine mögliche Erklärung für die abgeschwächten Titansignale könnte sein, dass es sich dabei um Titanoxid handelt. Auf der Titanseite des Bruches sind solche abgeschwächten Titansignale nicht messbar, da die Messsonde ein zu großes Areal und damit auch das massive Titan erfasst. Eine sichere Abgrenzung Titan/Titanlayer beziehungsweise Titanoxid war deshalb nicht möglich.

Die Ergebnisse stehen im Einklang mit denen vorangegangener Studien (Böning und Walter, 1991). Hierin wird festgestellt, dass bei allen untersuchten Titan-Keramik-Systemen Titan aus der Metalloberfläche der Keramik aufgelagert ist. Auch hier konnten

keine genauen Angaben gemacht werden, ob es sich dabei um elementares Titan oder um Titanoxid handelt.

Möglicherweise auftretende Titandiffusionen in die Keramik als Folge oxidlöslicher Eigenschaften der verwendeten Bondermassen, wie sie andere Autoren feststellten (Blume, 1998), wurden nicht betrachtet.

Einen weiteren Gesichtspunkt bei der Betrachtung des Bruchgeschehens, insbesondere beim VITA-System, stellen unregelmäßig im Bonder verteilte, unterschiedlich große Poren dar. Zur Porosität bestehen keine Vorschriften in den bestehenden Norm-Vorlagen. Durch Porositäten in dem Metall-Keramik-Interface wird der Verbund jedoch geschwächt und damit die Belastbarkeit des gesamten Systems vermindert (Dorsch, 1987). Über eine bedenkliche Anhäufung von Poren im Interfacebereich Metall/Keramik wurde schon vor über 20 Jahren erstmals berichtet (Eichner, 1983). Die Ursache für die besonders hohe Porosität beim VITA-Titan-Keramik-System scheint im verwendeten VITA-Bonder begründet zu liegen. Dieser wird vom Hersteller in gebrauchsfertiger Konsistenz zur Verfügung gestellt. Ihm sind organische Bestandteile zugesetzt, die diese Eigenschaft sichern und beim Brennvorgang im günstigsten Falle rückstandslos verbrennen sollten. Allerdings scheinen dabei Gase zu entstehen, welche die beschriebenen Porositäten hervorrufen. Diese treten auch dann auf, wenn entsprechend der Forderung des Herstellers der Bonder ausgesprochen dünn aufgetragen wird (Anonymus, 1999b).

Inwieweit die vorhandenen Porositäten den Verbund schwächen, kann nicht sicher beschrieben werden. Auffällig ist, dass im rasterelektronenmikroskopischen Bild des Bruchquerschliffes die Poren oftmals nicht von der Bruchlinie erfasst werden. In der Aufsicht der Bruchflächen erkennt man allerdings, insbesondere rasterelektronenmikroskopisch, sehr häufig eröffnete Hohlräume in der Keramik. Ein Vergleich mit den Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten unter Verwendung von Bondern, die konventionell aus Pulver und Flüssigkeit angemischt werden, könnte diesen Sachverhalt prüfen und muss das Ziel späterer Untersuchungen sein.

7. Schlussfolgerungen

Die Verbundfestigkeiten zwischen Titan und Keramik erreichen noch nicht die Werte herkömmlicher Legierungs-Keramik-Systeme. Die Ergebnisse zur mechanischen Festigkeit liegen beim TRICERAM-System über denen beim VITA-System. Eine mögliche Ursache dafür sind die im gebrauchsfertigen VITA-Pastenbinder nachweisbaren Blasen nach dem Brennprozess. Obwohl der Wunsch nach Rationalisierung und Zeitersparnis in heutiger Zeit sehr ausgeprägt ist, sollte darüber nachgedacht werden, ob es nicht günstiger wäre, zum konventionellen Binder zurückzugehen, der durch Anrühren von Pulver und Flüssigkeit zubereitet wird.

Das zusätzliche Kugelstrahlen der zu verblendenden Titanfläche führt trotz geringerer relativer Sauerstoffgehalte in den oberflächlichsten Titanschichten zu einer Schwächung des Verbundes und kann somit für die tägliche Praxis nicht empfohlen werden. Die mechanische Verbundkomponente spielt für das Verbundsystem Titan/Keramik eine herausragende Rolle. Das Strahlen mit im Mittel 250 µm großen Edelmetallpartikeln ist geeignet, die α -Phase ausreichend zu entfernen und gleichzeitig genügend Ankerpunkte für die Keramik zu schaffen. Kritisch sollte allerdings die deutliche Bedeckung der Titanoberfläche durch Reste des Strahlmittels betrachtet werden. Solange jedoch keine günstigeren, nachweislich praxistauglichen Konditionierungsverfahren zur Verfügung stehen, müssen die Herstellerempfehlungen, einschließlich der Konditionierung mit Edelmetall, exakt umgesetzt werden.

Um die Entwicklungen auf dem Gebiet der Titan-Keramik voranzutreiben, sind weiterführende Untersuchungen notwendig und wünschenswert, wobei die Vielzahl der positiven Eigenschaften des Titans diese Bemühungen rechtfertigen. Die Veränderung und Optimierung der Titanoberfläche durch geeignete Konditionierungsverfahren scheint dabei ein Erfolg versprechender Ansatz zu sein, ebenso die weitere Entwicklung von keramischen Verblendsystemen für Titanlegierungen.

8. Literaturverzeichnis

1. Adachi M, Mackert J, Parry E and Fairhurst C (1990) Oxide adherence and porcelain bonding to titanium an Ti-6Al-4V alloy. J Dent Res 69:1230-1235.
2. Akagi K, Okamoto Y, Matsuura T and Horibe T (1992) Properties of test metal ceramic titanium alloys. J Prosthet Dent. 68:462-467.
3. Andre M, Schwarze T, Günay H und Geurtsen W (1997) Untersuchungen zur Fräsbarkeit und Polierbarkeit von gegossenem und unlegiertem Titan. Dtsch Zahnärztl Z 52:215-218.
4. Anonymus: DIN 17850 Titan, Chemische Zusammensetzung. Deutsches Institut für Normung e.V. (Hrsg.), Beuth-Verlags GmbH, Berlin (1990).
5. Anonymus: TRICERAM Titankeramik-Produktinformation und Verarbeitungsanleitung. Esprident/Dentaurum (Hrsg.), Ispringen (1999a).
6. Anonymus: VITA Titankeramik Verarbeitungsanleitung. Vita Zahnfabrik H. Rauter GmbH und Co.KG (Hrsg.), Bad Säckingen (1999b).
7. Anonymus: DIN EN ISO 9693 Dentale restaurative Metallkeramiksysteme. Deutsche Institut für Normung e.V. (Hrsg.) Beuth Verlags GmbH, Berlin (2000).
8. Arlom R (1998) Untersuchung des Einflusses modifizierter Oberflächen auf die Verbundfestigkeit einer Kobalt-Chrom-Legierung mit Keramik sowie von Reintitan mit Titankeramik. Zahnmed Diss FU Berlin.
9. Atsü S and Berksun S (2000) Bond strength of three porcelains to two forms of titanium using two firing atmospheres. J Prosthet Dent 84:567-574.
10. Au AR, Lechner SK, Thomas CJ, Mori T and Chung P (2000) Titanium for removable partial dentures (III): 2-year clinical follow-up in an undergraduate programme. J Oral Rehabil 27:979-985.
11. Augthun M, Schädlich-Stubenrauch J und Sahm PR (1992) Untersuchungen zur Oberflächenbeschaffenheit von gegossenem Titan. Dtsch Zahnärztl Z 47:505-507.
12. Bär G (1999) Implantatprothetische Suprastrukturen aus Titan. Dent Lab 47:217-223.
13. Behr M, Rosentritt M, Groger, G and Handel G (2003) Adhesive bond of veneering composites on various metal surfaces using silicoating, titanium-coating or functional monomers. J Dent 31:33-42.
14. Berg E (1997) Dentists' opinions on aspects of cast titanium restorations. J Dent 25:113-117.

15. Berg E, Wagner WC, Davik G and Dootz ER (1995) Mechanical properties of laser-welded cast and wrought titanium. *J Prosthet Dent* 74:250-257.
16. Bergman B, Marklund S, Nilson H and Hedlund SO (1999) An intraindividual clinical comparison of 2 metal-ceramic systems. *Int J Prosthodont* 12:444-447.
17. Berstein A, Bernauer I, Marx R and Geurtsen W (1992) Human cell culture studies with dental metallic materials. *Biomaterials* 13:98-100.
18. Bessing C and Bergman M (1992) The castability of unalloyed titanium in three different casting machines. *Swed Dent J* 16:109-113.
19. Bischoff H: Titanverarbeitung im Labor - Verblendfähigkeit gegossenen Titans. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): *Titan in der Zahnheilkunde*, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.169-194.
20. Blume A (1998) Der Titan-Keramik-Verbund unter dem Einfluß unterschiedlicher werkstoffkundlicher und technologischer Parameter. Untersuchungen von Verbundfestigkeit, Mikrostruktur und Grenzflächenreaktionen. *Zahnmed Diss Jena*.
21. Blume A, Raser G, Lenz E und Dietz W (1998a) Der Titan-Keramik-Verbund aus experimenteller Sicht. *Dtsch Zahnärztl Z* 53:718-721.
22. Blumenauer H, Dengel D, Pusch G, Spies H: Werkstoffmechanische Prüfung. In: Blumenauer H (Hrsg.): *Werkstoffprüfung*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart (1994) S.102-227.
23. Böning K und Walter M (1991) Metall-Keramik-Verbund von gegossenem Titan. *Dtsch Zahnärztl Z* 46:750-753.
24. Brauer H und Dralle M (1997) Alles in Titan: Dokumentation eines alltäglichen Patientenfalles. *Dent Lab* 45:671-674.
25. Brauner H (1992) Zur Randschichtaufhärtung an Titanwerkstoffen durch unterschiedliche Formstoffe und Einbettmassen. *Dtsch Zahnärztl Z* 47:511-515.
26. Cai Z, Bunce N, Nunn ME and Okabe T (2001) Porcelain adherence to dental cast CP titanium: effects of surface modifications. *Biomaterials* 22:979-986.
27. Carlucci EH (1999) Das Ende der Pioniertätigkeit beim Titanguß. *Quintessenz Zahntech* 25:867-883.
28. Da Silva L, Martinez A, Rilo B and Santana U (2000) Titanium for removable denture bases. *J Oral Rehabil* 27:131-135.

29. Darvell BW, Samman N, Luk WK, Clark RK and Tideman H (1995) Contamination of titanium castings by aluminium oxide blasting. *J Dent* 23:319-322.
30. Derand T and Hero H (1992) Bond strength of porcelain on cast vs. wrought titanium. *Scand J Dent Res* 100:184-188.
31. Dorsch P: Norm-Vorlagen für metallkeramische Restaurationen. Ivoclar-Vivadent Report Nr.4, Schaan (1987) S. 3-18.
32. Dorsch P (1989) Critical study of normal patterns for metal-ceramic restorations. *Dent Lab* 37:1133-1138.
33. Dörfler B und Fischer J (1999) Qualitätssicherung bei der zahntechnischen Verarbeitung der Gold-Titan-Legierung Esteticor Vision. *Quintessenz Zahntech* 25:87-96.
34. Eichner K: Werkstoffkundliche Grundlagen. In Eichner K (Hrsg.): *Metallkeramik in der zahnärztlichen Prothetik - Werkstoffe, Indikation, klinische Verarbeitung*, Carl Hauser Verlag, München (1979) S.27-29.
35. Eichner K (1983) Anwendung von Metall-Legierungen in der Zahnheilkunde - ein Überblick. *ZWR* 92:28-36.
36. Eichner K (1997) Gegenwärtiger Stand der werkstoffkundlichen und klinischen Metallkeramik. *ZWR* 106:477-483.
37. Eliades M (1995) Zur Mikromorphologie und Elementverteilung in der Grenzschicht und zur Säurelöslichkeit von drei Titankeramiksystemen bei Variation der Aufbrenntemperaturen. *Zahnmed Diss FU Berlin*.
38. Felthaus F und Walter M (1994) Qualität zahntechnischer Gußobjekte aus Titan. *Dtsch Zahnärztl Z* 49:279-281.
39. Ferenczi AM, Demri B, Moritz M and Muster D (1998) Casted titanium for dental applications: an XPS and SEM study. *Biomaterials* 19:1513-1515.
40. Fischer C (1996) Erfahrungen mit dem Biotan-Titangußsystem. *Quintessenz Zahntech* 22:268-284.
41. Freesmeyer WB und Lindemann W (1982) Verbundfestigkeit zwischen keramischer Masse und Nichtedelmetalllegierungen in Abhängigkeit von der Vorbehandlung des Metallgerüsts. *Dtsch Zahnärztl Z* 37:288-291.
42. Fritzemeier CU und Steffens E (1992) Titan als neues Restaurationsmetall in der Zahnärztlichen Prothetik und der Mund-, Kiefer- und Plastischen Gesichtschirurgie. *ZWR* 101:589-595.

43. Fujishima A, Miyazaki T, Fujishima Y and Shiba A (1997) Effect of alumina sand-blasting on bonding properties of cpTi with resins for crown and bridge. *Dent Mater* 16:227-231.
44. Geis-Gerstdorfer J (2003) Titan und Titan-Legierungen. *ZM* 93:828-832.
45. Geis-Gerstdorfer J und Weber H (1989) Methode zur Untersuchung des Repassivierungsverhaltens von Ti-Implantaten und NEM-Suprastrukturen. *Z Zahnärztl Implantol* 4:252-255.
46. Geis-Gerstdorfer J, Schille C und Klein P (1994) Geringere Oxidationsneigung unter Schutzgasatmosphäre. *Dent Lab* 42:1235-1236.
47. Geurtsen W und Marx R (1990) Die Verwendung von Titan in der Konservierenden Zahnheilkunde. *ZWR* 99:977-980.
48. Gilbert JL, Covey DA and Lautenschlager EP (1994) Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. *Dent Mater* 10:134-140.
49. Göbel R und Welker D (1996) Legierungs-Kunststoff-Verbunde in der Zahnmedizin - experimentelle Stressung und Prüfung. *Swiss Materials* 8:7-11.
50. Göbel R und Welker D (2003) Legierungs-Kunststoff-Verbundverfahren - weitere Systeme und neue werkstoffkundliche Ergebnisse. *Zahntech Mag* 7:702-709.
51. Grycz H (1998) Revolutionierender Titanguß mit "Ticast Super R". *Quintessenz Zahntech* 24:1275-1278.
52. Hasert R (1999) Die Vorzüge des Monowerkstoffes Titan. *Dent Lab* 47:843-848.
53. Hautaniemi JA, Hero H and Juhanoja JT (1992a) On the bonding of porcelain to titanium. *J Mater Sci Med* 3:186-191.
54. Hautaniemi JA, Juhanoja JT and Hero H (1992b) Porcelain bonding on Ti: Its dependence on surface roughness, firing time and vacuum level. *Surf Intersurf Anal* 20:421-426.
55. Hofstede TM, Ercoli C, Graser GN, Tallents RH, Moss ME and Zero DT (2000) Influence of metal surface finishing on porcelain porosity and beam failure loads at the metal-ceramic interface. *J Prosthet Dent*. 84:309-317.
56. Hopp M: Titan-Gußtechnologie - Gußvorbereitungen. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): *Titan in der Zahnheilkunde*, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.64-70.

57. Hopp M (2000) 5. Internationales Titananwendertreffen bei Dentaforum. Quintessenz Zahntech 26:651-652.
58. Hopp M und Lange K-P: Titan-Gußtechnologie - Titanguß. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): Titan in der Zahnheilkunde, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.71-86.
59. Hopp M, Meinke E, Schmelzer M und Lange K-P (1995) Besonderheiten des Titan-gusses im Dentallabor. Quintessenz Zahntech 21:655-680.
60. Kaiser B: Schwingfestigkeitssteigerung durch Kugelstrahlen. Unterlagen zum Korrosionsschutzseminar Kugelstrahlen, Institut für Korrosionsschutz, Dresden (1993).
61. Kantzow H (1997) Zur Zerspanung von Titan - Nur Hartmetallfräser sind geeignet. Dent Lab 45:677-681.
62. Kappert HF (1994) Titan als Werkstoff für die zahnärztliche Prothetik und Implan-tologie. Dtsch Zahnärztl Z 49:573-583.
63. Kappert H, Riedling W und Weyhmann J (1985) Eine vergleichende Studie von drei Methoden zur Untersuchung des Metall-Keramik-Verbundes bei NEM-Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 40:1179-1186.
64. Kitamura T (1988) Ohara-Reintitanium-Gießsystem. Quintessenz Zahntech. 14:590-604.
65. Kimura H, Horng CJ, Okazaki M and Takahashi J (1990a) Thermal compatibility of titanium-porcelain system. J Osaka Univ Dent Sch 30:43-52.
66. Kimura H, Horng CJ, Okazaki M and Takahashi J (1990b) Oxidation effects on porcelain-titanium interface reactions and bond strength. Dent Mater J 9:91-99.
67. Klapper H-U und Gehre G (1998) Einfluß von Gußstruktur und Oberflächenvorbe-handlung auf die Verbundfestigkeit bei Titankeramik. Dtsch Zahnärztl Z 53:728-731.
68. Klinger E, Böning K und Walter M (1991) Titan-Formfüllungsvermögen und Paßge-nauigkeit. Dtsch Zahnärztl Z 46:743-745.
69. Kohal RJ und Klaus G (2003) Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzel-zahnersatz. ZM 93:28-32.
70. Koke U, Daum J, Rammelsberg P und Gilde H (2003) Untersuchung zur Zwei-Me-dien-Abasion von Titanverblendkeramiken. Dtsch Zahnärztl Z 58:343-346.

71. Könönen M and Kivilahti J (1994) Bonding of low-fusing dental porcelain to commercially pure titanium. *J Biomed Mater Res* 28:1027-1035.
72. Könönen M and Kivilahti J (2001) Fusing of dental ceramics to titanium. *J Dent Res* 80:848-854.
73. Korhonen T and Kivilahti J (1998) IPMA Thermodynamic Databank. Helsinki University of Technology.
74. Krause U (2001) Untersuchungen des Einflusses oxidischer und nonoxidischer Keramikzwischen-schichten auf den Titan-Keramik-Verbund. *Zahnmed Diss FU Berlin*.
75. Küpper H und Spiekermann H (1992) Titan: Ein neuer Dentalwerkstoff für prothetische Restaurationen. *ZM* 7:56-66.
76. Kvam K and Hero H (2001) Stress relaxation in titanium-ceramic beams during veneering. *Biomaterials* 22:1379-1384.
77. Kvam K, Derand T and Austrheim EK (1995) Fracture toughness and flexural strength of dental ceramics for titanium. *Biomaterials* 16:73-76.
78. Leistner E (1988) Automatische Titanpräparation. *Structure* 17:12-13.
79. Lenz E: Titan-Gußtechnologie - Die Randschichten von Titangußobjekten. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): *Titan in der Zahnheilkunde*, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.106-114.
80. Lenz E und Dietz W (1995) Die Randschichten von Titangußobjekten unter dem Einfluss verschiedener Einbettmassen. *Quintessenz Zahntech* 21:633-648.
81. Lenz E, Lenz U, Raser G und Dietz W (2000) Fortschritte in der Titan-Technologie - Oberflächenbearbeitung durch Mikrostrahlen. *Quintessenz Zahntech* 26:1303-1315.
82. Lenz J and Kessel S (1998) Thermal stresses in metal-ceramic specimens for the ISO crack initiation test (three-point flexure bond test). *Dent Mater* 14:277-280.
83. Lenz J, Schwarz S, Schwickerath H, Sperner F and Schafer A (1995) Bond strength of metal-ceramic systems in three-point flexure bond test. *J Appl Biomater* 6:55-64.
84. Low D, Sumii T and Swain M (2001) Thermal expansion coefficient of titanium casting. *J Oral Rehabil* 28:239-242.
85. Lubberich A: Kombinationsprothetik mit Titan. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): *Titan in der Zahnmedizin*, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.195-230.

86. Luo XP, Guo TW, Ou YG and Liu Q (2002) Titanium casting into phosphate bonded investment with zirconite. *Dent Mater* 18:512-515.
87. Martin JY and Schwartz Z (1995) Effect of titanium surface roughness on proliferation, differentiation and protein synthesis of human osteoblast-like cells. *J Biomed Mater Res* 29:389-401.
88. Marx R and Baumann W (1992) Adhäsive Haftung von Kunststoff und Keramik für die Verblendung und für Adhäsivrestaurationen. *Quintessenz Zahntech* 18:1475-1497.
89. Mc Gill R, Tukey WJ and Larson WA (1978) Variations of Box Plots. *Am Statist* 32:12-16.
90. Meyer J-M und Lüthy H (1995) Titan in der Zahnheilkunde - Welche Entwicklungen gibt es bis heute? *Quintessenz Zahntech* 21:681-712.
91. Monteiro OR and Miyase A (1997) Analysis of modified Ti surface for Titanium-ceramic Bonding. *J Dent Res* 76:Special Issue.
92. Moormann A (1993) Vergleichende Untersuchungen zur Verbundfestigkeit von neun Titan-Keramik-Verbundkombinationen in Abhängigkeit von den Lagerungsbedingungen. *Zahnmed Diss FU Berlin*.
93. Moormann A (1994) Vergleichende Untersuchungen zum Titan-Keramik-Verbund. *ZWR* 103:86-88.
94. Moormann A, Wehnert L, Kessler K, Freesmeyer WB und Radlanski RJ (2000) Haftfestigkeit des Titan-Keramik-Verbundes in Abhängigkeit von der Anzahl der Temperaturlastwechsel im Thermocyclingverfahren. *Dtsch Zahnärztl Z* 55:34-37.
95. Moritz KJ (1999) Untersuchung der Werkstoffeigenschaften von Einbettmassen für den Titanguß. *Zahnmed Diss Marburg*.
96. Nergiz I, Meine H-C und Niedermeier W (1999) Untersuchung zur Scherverbundfestigkeit von titankeramischen Systemen. *Dtsch Zahnärztl Z* 54:688-691.
97. Oka K, Hanawa T, Kon M, Lee HH, Kawano F, Tomotake Y, Matsumoto N and Asaoka K (1996) Effect of barium in porcelain on bonding strength of titanium-porcelain system. *Dent Mater J* 15:111-120.
98. Okabe T and Hero H (1995) The use of titanium in dentistry. *Cell Mater* 51:211-230.
99. Oshida Y and Hashem A (1993) Titanium-porcelain system. Part I: Oxidation kinetics of nitrided pure titanium, simulated to porcelain firing process. *Biomed Mater Eng* 3:185-198.

100. Oshida Y, Fung LW and Isikbay SC (1997) Titanium-porcelain system. Part II: Bond strength of fired porcelain on nitrided pure titanium. *Biomed Mater Eng* 7:13-34.
101. Ott D (1991) Gießen von Titan im Dentallabor. *ZWR* 100:106-109.
102. Pang IC, Gilbert JL, Chai J and Lautenschlager EP (1995) Bonding characteristics of low-fusing porcelain bonded to pure titanium and palladium-copper alloy. *J Prosthet Dent* 73:17-25.
103. Papadopoulos T, Tsetsekou A and Eliades G (1999) Effect of aluminium oxide sand-blasting on cast commercially pure titanium surfaces. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 7:15-2.
104. Paul J: Die Rasterelektronenmikroskopie in der Materialprüfung. In: Jörg F (Hrsg.): *Elektronenmikroskopie*, Ecomed Verlagsgesellschaft mbH, Landsberg (1991) S.253-278.
105. Pässler K (1993) Titan in der zahnärztlichen Prothetik. *Zahntech* 3:1-7.
106. Pässler, K (1998) Darstellung, Prüfung und Eigenschaften von edelmetallfreien Dentallegierungen und Titan. *Habil Greifswald*.
107. Pässler K und Mann E (1991) Der dentale Titanguß - Grundlagen, Technologie und werkstoffkundliche Bewertung. *Quintessenz Zahntech* 17:717-726.
108. Pässler K, Bestelmeyer P, Ohnmacht P und Sernetz F (1991) Einflüsse auf die Qualität und Eigenschaften von dentalen Titangüssen. *dent lab XXIX*:809-815.
109. Persson M and Bergman M (1996) Metal-ceramic bond strength. *Acta Odontol Scand* 54:160-165.
110. Peters M, Hemptenmacher J, Kumpfert J und Leyens C: Titan und Titanlegierungen: Struktur, Gefüge, Eigenschaften. In: Peters M, Leyens C, and Kumpfert J (Hrsg.): *Titan und Titanlegierungen*, Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel (1996) S.3-28.
111. Petzold A und Pöschmann H: *Email und Emailiertechnik*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1986).
112. Pilecki T und Pilecki M (1992) Der Einsatz von Titan in der täglichen Praxis. *Quintessenz Zahntech* 18:441-448.
113. Pröbster L, Maiwald U and Weber H (1996) Three-point bending strength of ceramics fused to cast titanium. *Eur J Oral Sci* 104:313-319.

114. Pröbster L, Geis-Gerstdorfer J, Simonis A, Setz J und Weber H (1991) Titan - zum gegenwärtigen Stand eines neuen Dentalwerkstoffs. Dent Lab 39:1073-1078.
115. Rammelsberg P und Pospiech P (1998) Verbundfestigkeit niedrigschmelzender Keramiken zu Titan unter Berücksichtigung der Oberflächenkonditionierung. Dtsch Zahnärztl Z 53:200-203.
116. Rammelsberg P, van Kaldenkerken R und Pospiech P (1998) Verbundfestigkeit von Verblendkunststoffen zu Titan unter Berücksichtigung moderner Konditionierungsverfahren. Dtsch Zahnärztl Z 53:844-848.
117. Rinke S and Hüls A (1998) Sechsjährige klinische Anwendung von Titanrestorationen. Phillip Journal 15:143-149.
118. Rinke S, Patyk A und Kobes LWR (1992) Untersuchung zur Paßgenauigkeit von Reintitan-Gußobjekten. Dtsch Zahnärztl Z 47:508-511.
119. Rinke S, Bausdorf C, and Hüls A (1996) Effect of argon protected firing on the bond strength of titanium ceramic systems. Tagung von EPA und DGZPW, Tübingen.
120. Rosi D (1995) Vergleichende Schlag- und Biege-Scherprüfung an drei Titan-Verbundsystemen und einem NEM-Keramik-System in Abhängigkeit von verschiedenen Aufbrenntemperaturen. Zahnmed Diss FU Berlin.
121. Rüdinger K, Fichte R, Feld R und Wolf HU: Titan, Titan-Legierungen und Titan-Verbindungen. In: Bartholome E. (Hrsg.): Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Verlag Chemie GmbH, Weinheim, Deerfield Beach, Basel (1983) Band 23, S.267-292.
122. Rzanny A, Göbel R, Welker D (2003) Moderne Verblendkunststoffe - eine werkstoffkundliche Studie. Quintessenz Zahntech 29:58-72.
123. Schiffner K (2001) Simulation des Oberflächenverfahrens Kugelstrahlen. www.mb.uni-siegen.de/d/imr6/forschung/kugel/.
124. Scholtes G: Veränderungen in den Randschichten metallischer Werkstoffe durch Kugelstrahlen. Unterlagen zum Korrosionsschutzseminar Kugelstrahlen, Institut für Korrosionsschutz, Dresden (1993).
125. Schwarting P (1998) Die Modellgußprothese aus Titan - Eine Fallstudie. Dtsch Zahnärztl Z 53:17-20.
126. Schwickerath H (1980) Der Einfluß der Materialeigenschaften auf die Biegefestigkeit metallkeramischer Konstruktionen. ZWR 89:68-69.
127. Sommer MC (1994) Ausfließvermögen von Reintitan beim Guß. Dtsch Zahnärztl Z 49:468.

128. Stoll R, Okuno O, Ai M und Stachniss V (1991) Titangußtechnologie - Möglichkeiten, Probleme und Hoffnungen. ZWR 100:38-42.
129. Strietzel R (1998) Quintessenz der Dentallegierungen. Quintessenz Zahntech 24:509-517.
130. Tesch U, Pässler K und Mann E (1993) Untersuchungen zum Titan-Keramik-Verbund. Dent Lab 41:71-73.
131. Tinschert J, Marx R und Gussone R (1995) Struktur von Keramiken für die Titanverblendung. Dtsch Zahnärztl Z 50:31-34.
132. Togaya T, Suzuki M, Tsutsumi S and Ida K (1983) An application of pure titanium to the metal porcelain system. Dent Mater J 2:210-219.
133. Traub M (1995) Gegenüberstellung von Titan und CoCrMo Aufbrennlegierungen (Remanium 2000) für K und B. Zahnmed Diss FU Berlin.
134. Valentine-Thon E and Schiwara HW (2003) Validity of MELISA for metal sensitivity testing. Neuroendocrinol Lett 24:57-64.
135. Walter M und Böning K (1991) Ist Titan eine Alternative zu Nichtedelmetall-Legierungen?. Dtsch Stomatol 41:315-319.
136. Walther R (1994) Vergleichende Untersuchung von vier Abscher-Verfahren zur Prüfung der Haftung Metall-Keramik in Abhängigkeit verschiedener Legierungen. Zahnmed Diss FU Berlin.
137. Wang R and Fenton A (1996) Titanium for prosthodontic applications: a review of literature. Quintess Int 27:401-408.
138. Wang RR and Fung KK (1997) Oxidation behavior of surface-modified titanium for titanium-ceramic restorations. J Prosthet Dent 77:423-434.
139. Wang RR, Welsch GE and Monteiro O (1999) Silicon nitride coating on titanium to enable titanium-ceramic bonding. J Biomed Mater Res 46:262-270.
140. Wang RR, Welsch GE, Monteiro O and Brown IG: Coating on titanium with chromium to enable titanium-porcelain bonding for dental restorations. In: Weiss IK (Hrsg.): Advances in science and technology of titanium alloy processing, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendal, Pennsylvania (1997) S.585-602.
141. Waterstrat RM, Rupp NW and Franklin O (1978) Productivity of a titanium-base alloy casting technology. J Dent Res 57:257.

142. Weber H, Pröbster L und Geis-Gerstendorfer J (1992) Titan als prothetischer Werkstoff. Dtsch Zahnarztl Z 47:473-481.
143. Weck E und Leistner E: Metallografische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren. Deutscher Verlag für Schweißtechnik, Düsseldorf (1986).
144. Wehnert L (1996) Vergleichende Untersuchungen zur Verbesserung des Titan-Keramik-Verbundes unter Berücksichtigung eines ausgewählten, oberflächenkonditionierenden Verfahrens. Zahnmed Diss FU Berlin.
145. Wehnert L, Moormann A und Freesmeyer WB (1998) Simulationsrechnungen zur Thermodynamik des konventionellen Titan-Keramik-Verbundes und zum Einfluß des verbundverbessernden Ionenimplantationsverfahrens. Quintessenz Zahntech 24:1027-1037.
146. Wiedemann E. (1996) Vergleichende Untersuchungen zwischen dem System Biotan und fünf weiteren Titangussystemen. Zahnmed Diss FU Berlin.
147. Wirz J (1990) Titan für zahnmedizinische Restaurationen. Quintessenz. 41:1065-1069.
148. Wirz J: Titanprothetik - klinische Aspekte/ Titan - der Werkstoff für die Teil- und Hybridprothetik mit und ohne Implantaten. In: Wirz J und Bischoff H (Hrsg.): Titan in der Zahnheilkunde, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1997) S.311-347.
149. Wirz J (1998) Neue, bewährte Werkstoffe, Systeme und Technologien. Schweiz Monatsschr Zahnmed 108:214-227.
150. Wirz J (2002) Auswirkungen restaurativer Werkstoffe auf die Mundschleimhaut. ZM 92:64-69.
151. Yamamoto M: Faktoren für die Festigkeit von Metallkeramik. In: Yamamoto M (Hrsg.): Metallkeramik-Prinzipien und Methoden, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin (1986) S.15-194.
152. Yanagida H, Taira Y, Shimoe S, Atsuta M, Yoneyama T and Matsumura H (2003) Adhesive bonding of titanium-aluminum-niobium alloy with nine surface preparations and three self-curing resins. Eur J Oral Sci 111:170-174.
153. Yilmaz H and Dincer C (1999) Comparison of the bond compatibility of titanium and an NiCr alloy to dental porcelain. J Dent 27:215-222.
154. Yilmaz H, Usanmaz A and Yalug S (1999) Die keramischen Massen für die Titanverblendung und ihre physikalischen Eigenschaften. Quintessenz Zahntech 25:995-1002.

Anlage 1: Brenntabellen der Titan-Keramik-Systeme für AUSTROMAT 3001

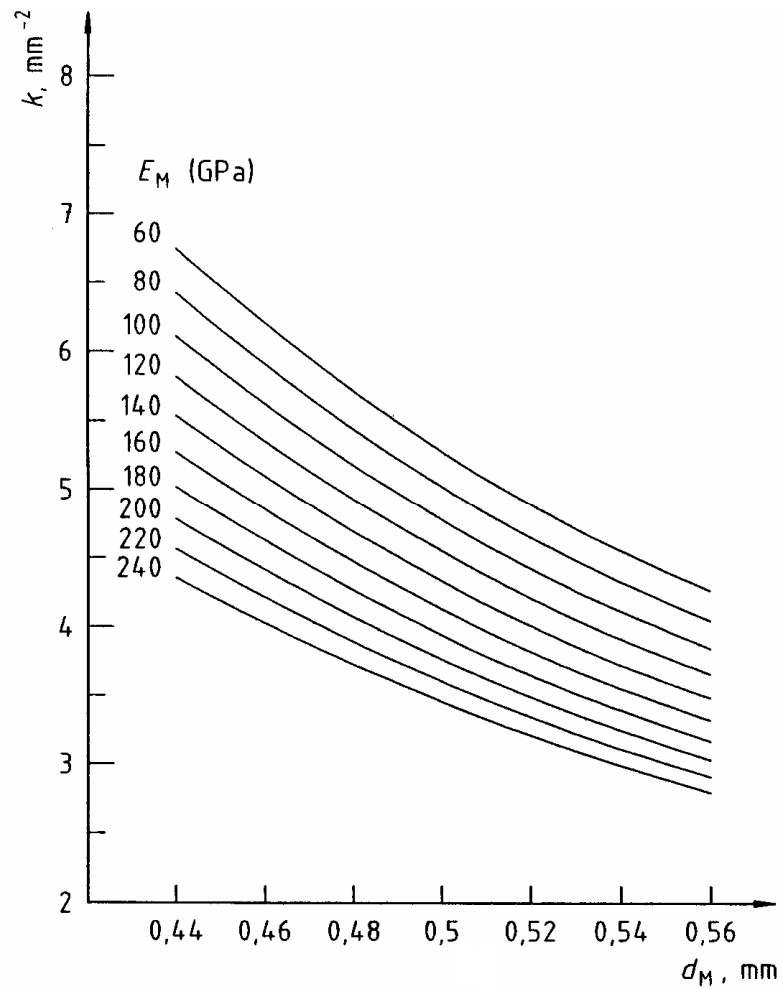
1. TRICERAM

	Basis- temperatur	Trocken- zeit	Temperatur- anstieg/min	End- temperatur	Halte- zeit	Vakuum- dauer	Abkühl- zeit
Bonder	600 °C	4 min	65 °C	795 °C	1 min	4 min	0 min
Opaker	600 °C	4 min	65 °C	795 °C	1 min	4 min	0 min
Dentin	600 °C	6 min	55 °C	755 °C	1 min	3 min 50 s	0 min
Glanz	600 °C	2 min	55 °C	755 °C	1 min	-	0 min

2. VITA

	Basis- temperatur	Trocken- zeit	Temperatur- anstieg/min	End- temperatur	Halte- zeit	Vakuum- dauer	Abkühl- zeit
Bonder	400°C	6 min	60 °C	800 °C	1 min	6 min	0 min
Opaker	400°C	2 min	110 °C	790 °C	1 min	4 min	0 min
Dentin	400°C	6 min	50 °C	770 °C	1 min	8 min	5 min
Glanz	400°C	-	110 °C	770 °C	1 min	3 min	5 min

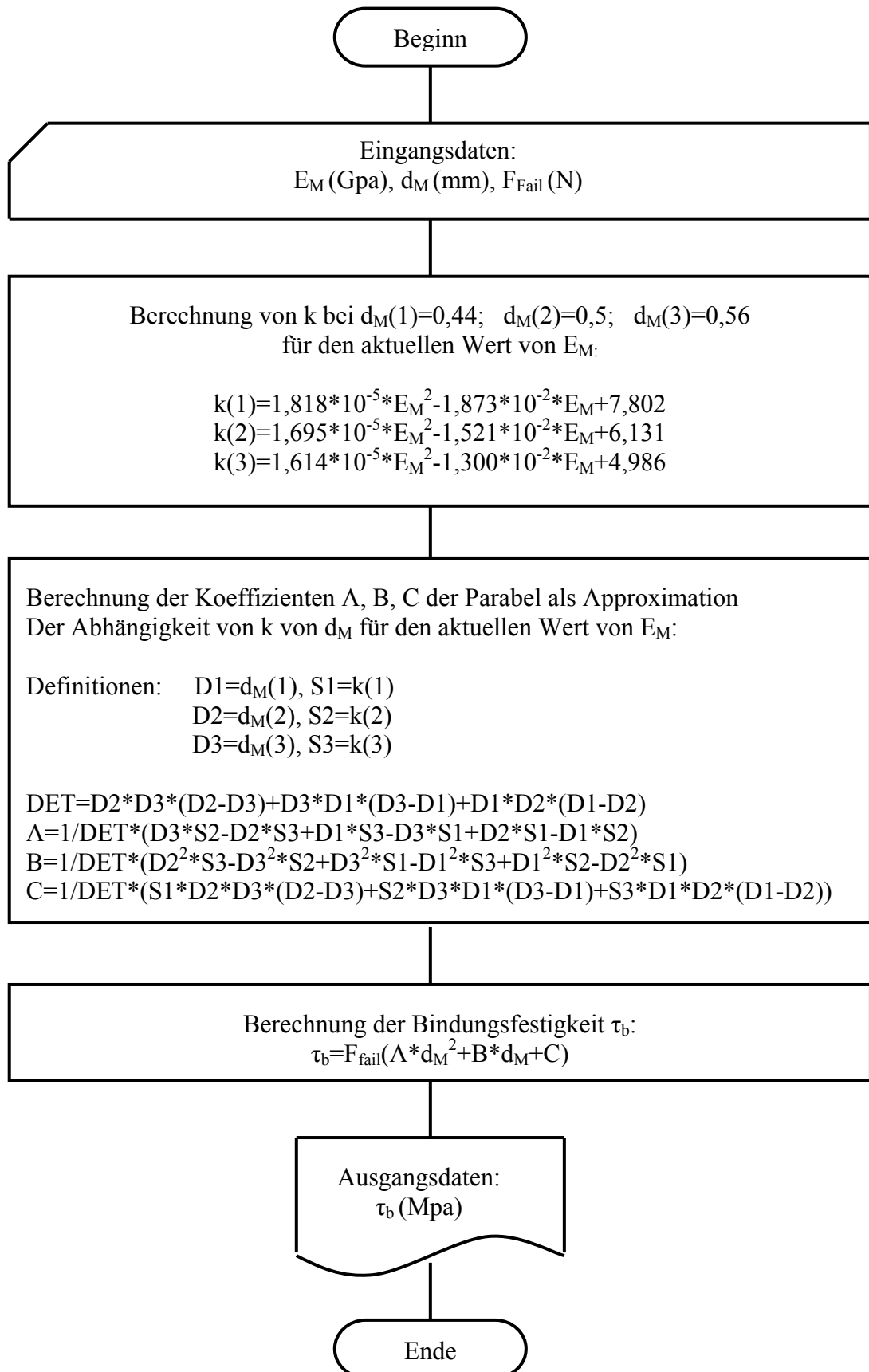
Anlage 2: Diagramm zur Bestimmung des Koeffizienten k



d_M – Dicke des Metallgerüsts in mm

E_M – Elastizitätsmodul in GPa

Anlage 3: Flussdiagramm zur numerischen Berechnung der Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit



Anlage 4: Messergebnisse der Mikrohärte nach VICKERS (MHV 0,02) sowie Statistik

1. TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung

Abstand zur Titanoberfläche	Keramikseite				Luftseite			
	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung%	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %
5µm	611,2	594,5	57,9	9,7 %	681,0	669,5	79,6	11,9 %
	681,0				763,4			
	551,6				763,4			
	611,2				611,2			
	551,6				611,2			
	551,6				611,2			
	500,3				551,6			
	611,2				763,4			
10µm	455,8	454,0	39,7	8,7 %	455,8	522,3	50,3	9,6 %
	417,1				551,6			
	417,1				455,8			
	500,3				551,6			
	455,8				500,3			
	500,3				500,3			
	455,8				551,6			
	500,3				611,2			
20µm	262,3	292,6	22,9	7,8 %	281,4	298,9	27,3	9,1 %
	281,4				302,6			
	302,6				326,4			
	326,4				281,4			
	281,4				353,0			
	302,7				302,7			
	302,7				281,4			
	281,4				262,3			
30µm	245,1	215,6	22,7	10,5 %	202,6	245,5	27,0	11 %
	262,3				245,1			
	215,5				202,6			
	202,6				245,1			
	215,5				262,3			
	190,9				262,3			
	202,6				281,4			
	215,5				262,3			
70µm	215,5	199,8	11,0	5,5 %	190,9	204,8	13,4	6,5 %
	190,9				202,6			
	202,6				190,9			
	202,6				229,6			
	202,6				215,5			
	190,9				215,5			
	202,6				190,9			
	190,9				202,6			
150µm	190,9	196,7	8,3	4,2 %	180,1	198,3	7,9	4 %
	202,6				202,6			
	190,9				202,6			
	202,6				202,6			
	202,6				202,6			
	190,9				202,6			
	202,6				190,9			
	190,9				202,6			
250µm	180,1	197,0	11,0	5,6 %	215,5	198,3	8,4	4,2 %
	190,9				190,9			
	202,6				202,6			
	202,6				190,9			
	190,9				202,6			
	215,5				190,9			
	202,6				202,6			
	190,9				190,9			

2. TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Abstand zur Titanoberfläche	Keramikseite				Luftseite			
	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard -abweichung %	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %
5µm	611,2	648,9	61,2	9,4 %	763,4	755,1	55,4	7,3 %
	681,0				763,4			
	611,2				681,0			
	681,0				763,4			
	763,4				861,8			
	681,0				763,4			
	611,2				681,0			
	551,6				763,4			
10µm	383,0	418,3	25,8	6,2 %	551,6	547,2	49,7	9,1 %
	383,0				611,2			
	417,1				551,6			
	455,8				500,3			
	417,1				611,2			
	455,8				500,3			
	417,1				551,6			
	417,1				500,3			
20µm	281,4	263,0	15,7	6 %	245,1	256,1	12,2	4,8 %
	281,4				245,1			
	245,1				262,3			
	262,3				245,1			
	281,4				281,4			
	245,1				245,1			
	245,1				262,4			
	262,3				262,3			
30µm	190,9	213,7	22,1	10,3 %	245,1	243,4	15,1	6,2 %
	202,6				245,1			
	215,5				245,1			
	215,5				245,1			
	202,6				262,3			
	229,6				245,1			
	262,3				229,6			
	190,9				229,6			
70µm	202,6	192,7	10,4	5,4 %	202,6	192,6	7,6	3,9 %
	202,6				190,9			
	180,1				190,9			
	180,1				202,6			
	202,6				180,1			
	180,1				180,1			
	202,6				202,6			
	190,9				190,9			
150µm	202,6	195,6	11,5	5,9 %	202,6	192,5	8,4	4,4 %
	190,9				202,6			
	180,1				180,1			
	190,9				190,9			
	202,6				190,9			
	180,1				190,9			
	215,5				190,9			
	202,6				190,9			
250µm	180,1	189,6	6,7	3,5 %	202,6	189,8	7,6	4 %
	190,9				190,9			
	180,1				180,1			
	190,9				190,9			
	202,6				180,1			
	190,9				202,6			
	190,9				180,1			
	190,9				190,9			

3. VITA, Edelkorund-Konditionierung

Abstand zur Titanoberfläche	Keramikseite				Luftseite			
	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %
5µm	763,4	666,7	62,7	9,4 %	763,4	732,5	39,9	5,4 %
	681,0				681,0			
	763,4				763,4			
	611,2				681,0			
	611,2				763,4			
	681,0				763,4			
	611,2				681,0			
	611,2				763,4			
10µm	455,8	452,1	83,2	18,4 %	417,1	443,6	44,0	9,9 %
	551,6				455,8			
	551,6				417,1			
	551,6				417,1			
	417,1				417,1			
	353,0				551,6			
	383,0				417,1			
	353,0				455,8			
20µm	326,4	281,1	28,1	9,9 %	383,0	392,6	26,7	6,8 %
	302,6				353,0			
	262,3				353,0			
	281,4				417,1			
	262,3				417,1			
	229,6				417,1			
	302,6				417,1			
	281,4				383,0			
30µm	229,6	221,3	13,9	6,3 %	281,4	281,6	32,7	11,6 %
	229,6				245,1			
	202,6				262,3			
	202,6				281,4			
	229,6				245,1			
	215,5				353,0			
	245,1				302,6			
	215,5				281,4			
70µm	180,1	208,1	15,0	7,2 %	202,6	209,2	9,4	4,5 %
	190,9				202,6			
	215,5				229,6			
	202,6				202,6			
	215,5				215,5			
	229,6				215,5			
	215,5				202,6			
	215,5				202,6			
150µm	202,6	201,3	7,3	3,6 %	202,6	204,4	7,4	3,6 %
	202,6				190,9			
	215,5				202,6			
	202,6				202,6			
	202,6				202,6			
	190,9				215,5			
	202,6				215,5			
	190,9				202,6			
250µm	202,6	201,3	7,3	3,6 %	190,9	202,9	8,7	4,3 %
	202,6				215,5			
	202,6				202,6			
	202,6				215,5			
	202,6				202,6			
	215,5				202,6			
	190,9				190,9			
	190,9				202,6			

4. VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Abstand zur Titanoberfläche	Keramikseite				Luftseite			
	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %
5µm	763,4	641,5	68,5	10,6 %	681,0	675,4	59,1	8,8 %
	681,0				611,2			
	681,0				611,2			
	551,6				611,2			
	681,0				681,0			
	611,2				763,4			
	611,2				681,0			
	551,6				763,4			
10µm	383,0	413,4	21,5	5,2 %	551,6	532,3	24,8	4,7 %
	417,1				551,6			
	383,0				551,6			
	417,1				500,3			
	417,1				551,6			
	417,1				551,6			
	417,1				500,3			
	455,8				500,3			
20µm	245,1	301,4	23,5	7,8 %	383,0	375,5	13,0	3,5 %
	302,6				353,0			
	302,6				383,0			
	302,6				383,0			
	326,4				383,0			
	302,7				383,0			
	302,6				383,0			
	326,4				353,0			
30µm	245,1	273,1	23,2	8,5 %	245,1	260,4	10,8	4,1 %
	245,1				262,3			
	281,4				281,4			
	281,4				262,3			
	302,6				262,3			
	302,6				262,3			
	281,4				245,1			
	245,1				262,3			
70µm	180,1	198,6	11,9	6 %	202,6	205,8	5,6	2,7 %
	190,9				202,6			
	202,6				215,5			
	190,9				202,6			
	190,9				202,6			
	202,6				202,6			
	215,5				215,5			
	215,5				202,6			
150µm	190,9	195,3	5,7	2,9 %	190,9	196,7	5,9	3 %
	202,6				190,9			
	190,9				202,6			
	190,9				190,9			
	202,6				190,9			
	190,9				202,6			
	190,9				202,6			
	202,6				202,6			
250µm	202,6	192,6	8,8	4,6 %	190,9	195,4	7,9	4 %
	190,9				202,6			
	190,9				180,1			
	202,6				202,6			
	180,1				190,9			
	180,1				202,6			
	190,9				202,6			
	202,6				190,9			

5. Ausschließlich oberflächenkonditionierte Titanproben

Abstand zur Titanoberfläche	Edelkorund-Konditionierung				α -OKM-Konditionierung			
	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %	MHV 0,02	Mittelwert	Standard-abweichung	Standard-abweichung %
5µm	551,6	575,0	39,5	6,7 %	681,0	677,4	76,8	11,3 %
	500,3				611,2			
	551,6				681,0			
	611,2				681,0			
	611,2				611,2			
	551,6				611,2			
	611,2				681,0			
	611,2				861,8			
10µm	417,1	479,6	38,8	8,1 %	681,0	578,6	67,5	11,7 %
	455,8				681,0			
	455,8				551,6			
	500,3				551,6			
	455,8				500,3			
	551,6				500,3			
	500,3				551,6			
	500,3				611,2			
20µm	281,4	315,5	23,4	7,4 %	383,0	326,7	39,2	12 %
	326,4				383,0			
	353,0				353,0			
	281,4				326,4			
	326,4				302,6			
	326,4				281,4			
	326,4				281,4			
	302,6				302,6			
30µm	215,5	210,1	18,8	8,9 %	202,6	238,8	35,2	14,7 %
	229,6				215,5			
	245,1				215,5			
	215,5				215,5			
	190,9				215,5			
	190,9				302,6			
	202,6				262,3			
	190,9				281,4			
70µm	202,2	198,1	5,6	2,8 %	202,6	201,3	7,3	3,6 %
	190,9				190,9			
	202,6				202,6			
	202,6				202,6			
	190,9				190,9			
	190,9				202,6			
	202,6				215,5			
	202,6				202,6			
150µm	180,1	192,8	12,2	6,3 %	180,1	194,4	14,1	7,3 %
	202,6				202,6			
	180,1				190,9			
	215,5				190,9			
	190,9				180,1			
	180,1				180,1			
	202,6				215,5			
	190,9				215,5			
250µm	180,1	193,9	7,5	3,9 %	202,6	194,2	11,3	5,8 %
	202,6				215,5			
	190,9				190,9			
	202,6				202,6			
	190,9				180,1			
	190,9				190,9			
	190,9				190,9			
	202,6				180,1			

6. Ergebnisse t-Test der Mikrohärtigkeit nach VICKERS

Edelkorund = ausschließlich Edelkorund-Konditionierung,

 α -OKM = Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung,

KS = Keramikseite, LS = Luftseite

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
Edelkorund	α -OKM	0,007	0,005	0,527	0,078	0,385	0,823	0,961

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
TRICERAM Edelkorund, KS	TRICERAM Edelkorund, LS	0,036	0,020	0,621	0,062	0,180	0,066	0,792
VITA Edelkorund, KS	VITA Edelkorund, LS	0,034	0,529	0	0,001	0,876	0,448	0,714
TRICERAM Edelkorund, KS	VITA Edelkorund, KS	0,018	0,755	0,381	0,803	0,216	0,220	0,382
TRICERAM Edelkorund, LS	VITA Edelkorund, LS	0,083	0,008	0	0,041	0,828	0,327	0,338
TRICERAM Edelkorund, KS	Edelkorund	0,73	0,396	0,062	0,445	0,672	0,46	0,532
VITA Edelkorund, LS	Edelkorund	0,014	0,098	0,242	0,103	0,086	0,109	0,319
VITA Edelkorund, KS	Edelkorund	0,006	0,44	0,206	0,228	0,123	0,144	0,085
VITA Edelkorund, LS	Edelkorund	0	0,126	0	0	0,019	0,052	0,059

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
TRICERAM α -OKM, KS	TRICERAM α -OKM, LS	0,004	0	0,377	0,006	0,982	0,539	0,976
VITA α -OKM, KS	VITA α -OKM, LS	0,338	0	0	0,21	0,167	0,639	0,54
TRICERAM α -OKM, KS	VITA α -OKM, KS	0,833	0,708	0,358	0	0,339	0,938	0,49
TRICERAM α -OKM, LS	VITA α -OKM, LS	0,019	0,441	0	0,008	0,005	0,228	0,229
TRICERAM α -OKM, KS	α -OKM	0,456	0	0,001	0,132	0,099	0,864	0,376
TRICERAM α -OKM, LS	α -OKM	0,045	0,319	0,001	0,747	0,065	0,743	0,428
VITA α -OKM, KS	α -OKM	0,371	0	0,165	0,053	0,619	0,889	0,771
VITA α -OKM, LS	α -OKM	0,957	0,111	0,007	0,144	0,212	0,697	0,82

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
TRICERAM Edelkorund, KS	TRICERAM α -OKM, KS	0,049	0,013	0,006	0,678	0,175	0,828	0,133
TRICERAM Edelkorund, LS	TRICERAM α -OKM, LS	0,033	0,336	0,002	0,851	0,063	0,159	0,083

		5 μ m	10 μ m	20 μ m	30 μ m	70 μ m	150 μ m	250 μ m
VITA Edelkorund, KS	VITA α -OKM, KS	0,485	0,253	0,165	0	0,208	0,107	0,064
VITA Edelkorund, LS	VITA α -OKM, LS	0,053	0	0,152	0,127	0,429	0,052	0,114

Anlage 5: Durchbiegung und berechnete E - Moduln des Titans sowie Statistik

1. TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung

Messung 1: Höhe des Pk = 0,5mm; Breite des Pk = 3mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	102550
1,47 N	0,08 mm	0 mm	100600
1,96 N	0,11 mm	0 mm	96850
2,45 N	0,14 mm	0 mm	96850
2,94 N	0,17 mm	0 mm	95100
3,43 N	0,19 mm	0 mm	94350
3,92 N	0,23 mm	0 mm	116250
4,41 N	0,26 mm	0 mm	92300
4,90 N	0,29 mm	0 mm	91450
5,39 N	0,31 mm	0 mm	91900
			Mittelwert 97800

Messung 2: Höhe des Pk = 0,49mm; Breite des Pk = 2,99 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,06 mm	0 mm	99150
1,47 N	0,08 mm	0 mm	103900
1,96 N	0,11 mm	0 mm	101750
2,45 N	0,14 mm	0 mm	105700
2,94 N	0,17 mm	0 mm	102050
3,43 N	0,20 mm	0 mm	103200
3,92 N	0,20 mm	0 mm	104550
4,41 N	0,30 mm	0 mm	103500
4,90 N	0,28 mm	0 mm	101950
5,39 N	0,31 mm	0 mm	102350
			Mittelwert 102800

Messung 3: Höhe des Pk = 0,48mm; Breite des Pk = 2,99mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,06 mm	0 mm	102250
1,47 N	0,09 mm	0 mm	103450
1,96 N	0,11 mm	0 mm	104050
2,45 N	0,14 mm	0 mm	103000
2,94 N	0,17 mm	0 mm	104050
3,43 N	0,20 mm	0 mm	104850
3,92 N	0,23 mm	0 mm	104500
4,41 N	0,26 mm	0 mm	103050
4,90 N	0,29 mm	0 mm	104050
5,39 N	0,32 mm	0 mm	101950
			Mittelwert 103550

Gesamtmittelwert der Messungen 1, 2 und 3	101400
Standardabweichung der Mittelwerte 1, 2 und 3	2550

2. TRICERAM, Edelmetall- und α -OKM-Konditionierung

Messung 1: Höhe des Pk = 0,49 mm; Breite des Pk = 3,01 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	110800
1,47 N	0,08 mm	0 mm	106500
1,96 N	0,11 mm	0 mm	102550
2,45 N	0,13 mm	0 mm	105700
2,94 N	0,16 mm	0 mm	103200
3,43 N	0,19 mm	0 mm	102050
3,92 N	0,22 mm	0 mm	103050
4,41 N	0,24 mm	0 mm	102150
4,90 N	0,27 mm	0 mm	102550
5,39 N	0,30 mm	0 mm	101550
			Mittelwert 104000

Messung 2: Höhe des Pk = 0,49 mm; Breite des Pk = 3 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	118250
1,47 N	0,07 mm	0 mm	119100
1,96 N	0,10 mm	0 mm	117000
2,45 N	0,12 mm	0 mm	117750
2,94 N	0,14 mm	0 mm	118250
3,43 N	0,17 mm	0 mm	117900
3,92 N	0,19 mm	0 mm	117600
4,41 N	0,21 mm	0 mm	118500
4,90 N	0,23 mm	0 mm	119750
5,39 N	0,26 mm	0 mm	117550
			Mittelwert 118150

Messung 3: Höhe des Pk = 0,48 mm; Breite des Pk = 2,99 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	109850
1,47 N	0,08 mm	0 mm	111200
1,96 N	0,11 mm	0 mm	113000
2,45 N	0,13 mm	0 mm	111500
2,94 N	0,16 mm	0 mm	111900
3,43 N	0,19 mm	0 mm	112200
3,92 N	0,20 mm	0 mm	107850
4,41 N	0,24 mm	0 mm	110300
4,90 N	0,27 mm	0 mm	109850
5,39 N	0,30 mm	0 mm	109100
			Mittelwert 110700

Gesamtmittelwert der Messungen 1, 2 und 3	110950
Standardabweichung der Mittelwerte 1, 2 und 3	5800

3. VITA, Edelkorund-Konditionierung

Messung 1: Höhe des Pk = 0,52; Breite des Pk = 3 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,04 mm	0 mm	113400
1,47 N	0,06 mm	0 mm	109000
1,96 N	0,09 mm	0 mm	109400
2,45 N	0,11 mm	0 mm	108650
2,94 N	0,13 mm	0 mm	107300
3,43 N	0,15 mm	0 mm	108500
3,92 N	0,17 mm	0 mm	116250
4,41 N	0,20 mm	0 mm	107300
4,90 N	0,20 mm	0 mm	105700
5,39 N	0,25 mm	0 mm	104400
			Mittelwert 109000

Messung 2: Höhe des Pk = 0,495 mm; Breite des Pk = 3 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	110000
1,47 N	0,08 mm	0 mm	105000
1,96 N	0,10 mm	0 mm	107800
2,45 N	0,13 mm	0 mm	102850
2,94 N	0,16 mm	0 mm	101700
3,43 N	0,18 mm	0 mm	103100
3,92 N	0,22 mm	0 mm	100300
4,41 N	0,24 mm	0 mm	101500
4,90 N	0,28 mm	0 mm	95250
5,39 N	0,30 mm	0 mm	98850
			Mittelwert 102650

Messung 3: Höhe des Pk = 0,46 mm; Breite des Pk = 3,03 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,06 mm	0 mm	103900
1,47 N	0,09 mm	0 mm	107250
1,96 N	0,12 mm	0 mm	109000
2,45 N	0,16 mm	0 mm	103900
2,94 N	0,19 mm	0 mm	105000
3,43 N	0,22 mm	0 mm	105300
3,92 N	0,25 mm	0 mm	104750
4,41 N	0,28 mm	0 mm	105400
4,90 N	0,32 mm	0 mm	104250
5,39 N	0,35 mm	0 mm	104200
			Mittelwert 105300

Gesamtmittelwert der Messungen 1, 2 und 3	105650
Standardabweichung der Mittelwerte 1, 2 und 3	2600

4. VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

Messung 1: Höhe des Pk = 0,52 mm; Breite des Pk = 3 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	103350
1,47 N	0,07 mm	0 mm	104100
1,96 N	0,09 mm	0 mm	102200
2,45 N	0,12 mm	0 mm	100200
2,94 N	0,14 mm	0 mm	101100
3,43 N	0,16 mm	0 mm	100450
3,92 N	0,19 mm	0 mm	97900
4,41 N	0,21 mm	0 mm	97800
4,90 N	0,24 mm	0 mm	97700
5,39 N	0,26 mm	0 mm	96850
			Mittelwert 100150

Messung 2: Höhe des Pk = 0,5 mm, Breite des Pk = 3,02 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	106050
1,47 N	0,07 mm	0 mm	105300
1,96 N	0,10 mm	0 mm	103900
2,45 N	0,13 mm	0 mm	103900
2,94 N	0,15 mm	0 mm	104600
3,43 N	0,18 mm	0 mm	103900
3,92 N	0,20 mm	0 mm	105500
4,41 N	0,23 mm	0 mm	103900
4,90 N	0,25 mm	0 mm	103900
5,39 N	0,28 mm	0 mm	102050
			Mittelwert 104300

Messung 3: Höhe des Pk = 0,5 mm; Breite des Pk = 3,02 mm

Prüflast	Durchbiegung bei Belastung	Durchbiegung nach Belastung	E-Modul
0,98 N	0,05 mm	0 mm	108250
1,47 N	0,07 mm	0 mm	109750
1,96 N	0,10 mm	0 mm	109400
2,45 N	0,12 mm	0 mm	107350
2,94 N	0,15 mm	0 mm	107500
3,43 N	0,17 mm	0 mm	105750
3,92 N	0,20 mm	0 mm	103400
4,41 N	0,23 mm	0 mm	103900
4,90 N	0,25 mm	0 mm	104350
5,39 N	0,28 mm	0 mm	103900
			Mittelwert 106350

Gesamtmittelwert der Messungen 1, 2 und 3	103600
Standardabweichung der Mittelwerte 1, 2 und 3	2600

5. Ergebnisse t-Test der Elastizitätsmoduln

		Signifikanzen/ t-Test
TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung	TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	0 (signifikant)
TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung	VITA, Edelkorund-Konditionierung	0,001 (signifikant)
TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung	VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	0,048 (signifikant)
TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	VITA, Edelkorund-Konditionierung	0 (signifikant)
TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	VITA Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	0 (signifikant)
VITA, Edelkorund- Konditionierung	VITA Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung	0,041 (signifikant)

Anlage 6: Ermittelte Bruchkräfte und Ablöse/Rissbeginn-Festigkeiten

1. TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung, ungealtert

Elastizitätsmodul = 101400

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,50 mm	6,5 N	4,8	31,2 MPa	31,0 MPa
0,49 mm	7,6 N	5,1	38,8 MPa	39,2 MPa
0,48 mm	6,5 N	5,3	34,5 MPa	33,5 MPa
0,48 mm	6,5 N	5,3	34,5 MPa	33,5 MPa
0,50 mm	7,5 N	4,8	38,0 MPa	35,7 MPa
0,48 mm	6,7 N	5,3	35,5 MPa	34,6 MPa
Mittelwert			35,1 MPa	34,6 MPa
Standardabweichung			2,3	2,5
Standardabweichung %			6,6 %	7,2 %

2. TRICERAM, Edelkorund-Konditionierung, gealtert

Elastizitätsmodul = 101400

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,49 mm	6,9 N	4,9	33,8 MPa	33,4 MPa
0,48 mm	6,3 N	5,2	32,8 MPa	32,5 MPa
0,50 mm	6,6 N	4,75	31,4 MPa	30,7 MPa
0,49 mm	5,8 N	4,9	28,4 MPa	28,1 MPa
0,51 mm	6,7 N	4,6	30,2 MPa	30,7 MPa
0,50 mm	6,8 N	4,75	32,3 MPa	31,6 MPa
Mittelwert			31,6 MPa	31,2 MPa
Standardabweichung			1,7	1,7
Standardabweichung %			5,4 %	5,4 %

3. TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung, ungealtert

Elastizitätsmodul = 110950

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,49 mm	6,4 N	4,85	31,0 MPa	31,0 MPa
0,49 mm	7,0 N	4,85	34,0 MPa	33,8 MPa
0,48 mm	5,6 N	5,15	28,8 MPa	28,2 MPa
0,49 mm	5,5 N	4,85	26,7 MPa	26,6 MPa
0,47 mm	7,0 N	5,3	37,1 MPa	36,8 MPa
0,47 mm	6,1 N	5,3	32,3 MPa	32,0 MPa
Mittelwert			31,7 MPa	31,4 MPa
Standardabweichung			3,4	3,4
Standardabweichung %			10,7 %	10,8 %

4. TRICERAM, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung, gealtert

Elastizitätsmodul = 110950

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,50 mm	5,4 N	4,7	25,4 MPa	25,1 MPa
0,47 mm	5,9 N	5,3	31,3 MPa	31,0 MPa
0,46 mm	5,3 N	5,5	29,2 MPa	29,0 MPa
0,51 mm	3,0 N	4,5	13,5 MPa	13,4 MPa
0,51 mm	6,9 N	4,5	31,1 MPa	32,1 MPa
0,48 mm	4,3 N	5,1	21,9 MPa	21,7 MPa
Mittelwert			25,4 MPa	25,4 MPa
Standardabweichung			6,2	6,4
Standardabweichung %			24,4 %	25,2 %

5. VITA, Edelkorund-Konditionierung, ungealtert

Elastizitätsmodul = 105650

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,52 mm	6,5 N	4,4	28,6 MPa	28,4 MPa
0,50 mm	6,0 N	4,9	29,4 MPa	29,4 MPa
0,46 mm	5,6 N	5,6	31,4 MPa	31,1 MPa
0,48 mm	5,8 N	5,2	30,2 MPa	29,6 MPa
0,49 mm	5,8 N	4,9	28,4 MPa	28,5 MPa
0,49 mm	5,4 N	4,9	26,5 MPa	26,5 MPa
Mittelwert			29,1 MPa	28,9 MPa
Standardabweichung			1,5	1,4
Standardabweichung %			5,2 %	4,8 %

6. VITA, Edelkorund-Konditionierung, gealtert

Elastizitätsmodul = 105650

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,52 mm	6,8 N	4,4	29,9 MPa	29,7 MPa
0,51 mm	6,5 N	4,6	29,9 MPa	29,5 MPa
0,47 mm	3,5 N	5,45	19,1 MPa	18,6 MPa
0,50 mm	6,2 N	4,8	29,8 MPa	29,2 MPa
0,51 mm	6,7 N	4,6	30,8 MPa	30,4 MPa
0,47 mm	4,7 N	5,45	25,6 MPa	25,0 MPa
Mittelwert			27,5 MPa	27,1 MPa
Standardabweichung			4,1	4,2
Standardabweichung %			14,9 %	15,5 %

7. VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung, ungealtert

Elastizitätsmodul = 103600

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,50 mm	6,1 N	4,8	29,3 MPa	28,9 MPa
0,47 mm	5,5 N	5,45	30,0 MPa	29,4 MPa
0,50 mm	5,4 N	4,8	25,9 MPa	25,6 MPa
0,48 mm	5,3 N	5,2	27,6 MPa	27,2 MPa
0,52 mm	6,1 N	4,45	27,1 MPa	26,8 MPa
0,50 mm	5,4 N	4,8	25,9 MPa	25,6 MPa
Mittelwert			27,6 MPa	27,2 MPa
Standardabweichung			1,5	1,5
Standardabweichung %			5,4 %	5,5 %

8. VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung, gealtert (1)

Elastizitätsmodul = 103600

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,50 mm	0,0 N	4,8	0 MPa	0 MPa
0,50 mm	0,0 N	4,8	0 MPa	0 MPa
0,49 mm	0,0 N	4,9	0 MPa	0 MPa
0,49 mm	6,2 N	4,9	30,4 MPa	30,6 MPa
0,50 mm	5,2 N	4,8	25,0 MPa	24,6 MPa
0,50 mm	5,0 N	4,8	24,0 MPa	23,7 MPa
Mittelwert			13,2 MPa	13,2 MPa
Standardabweichung			13,4	13,3
Standardabweichung %			101,5 %	100,8 %

9. VITA, Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung, gealtert (2)

Elastizitätsmodul = 103600

Höhe des Prüfkörpers	Bruchkraft	k-Wert	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (k-Wert in Grafik bestimmt)	Ablöse/Rissbeginn-Festigkeit (Flussdiagramm numerisch)
0,49 mm	0,0 N	4,9	0 MPa	0 MPa
0,52 mm	0,0 N	4,45	0 MPa	0 MPa
0,50 mm	3,4 N	4,8	16,2 MPa	16,2 MPa
0,50 mm	2,7 N	4,8	13,0 MPa	12,8 MPa
0,49 mm	0,0 N	4,9	0 MPa	0 MPa
0,50 mm	0,0 N	4,8	0 MPa	0 MPa
Mittelwert			4,9 MPa	4,8 MPa
Standardabweichung			6,9	6,9
Standardabweichung %			140 %	143,8 %

Anlage 7: Ergebnisse der Flächenanalysen der konditionierten Titanoberfläche (Gew.-%)

1. Edelkorund-Konditionierung

	Titan	Aluminium	Rest
Messung 1	75,3	23,9	0,8
Messung 2	84,1	15,5	0,4
Messung 3	84,5	14,0	1,5
Messung 4	85,9	13,6	0,5
Messung 5	86,2	13,1	0,7
Mittelwert	83,2	16,0	0,8
Standardabweichung	4,0	4,0	0,4
Standardabweichung %	4,8 %	25 %	50 %

2. Edelkorund- und α -OKM-Konditionierung

	Titan	Aluminium	Zirkonium	Rest
Messung 1	81,7	5,7	8,8	3,8
Messung 2	82,6	5,3	8,1	4,0
Messung 3	81,7	6,0	8,6	3,7
Messung 4	80,6	6,0	9,3	4,1
Mittelwert	81,7	5,8	8,7	3,8
Standardabweichung	0,7	0,3	0,4	0,2
Standardabweichung %	0,9 %	5,2 %	4,6 %	5,3 %

Ehrenwörtliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass mir die Promotionsordnung der Medizinischen Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität bekannt ist,

ich die Dissertation selbst angefertigt habe und alle von mir benutzten Hilfsmittel, persönlichen Mitteilungen und Quellen in meiner Arbeit angegeben sind,

mich folgende Personen bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts unterstützt haben: Herr Prof. Dr. med. dent. habil. D. Welker sowie die in der Danksagung genannten Personen,

die Hilfe eines Promotionsberaters nicht in Anspruch genommen wurde und dass Dritte weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen von mir für Arbeiten erhalten haben, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen,

dass ich die Dissertation noch nicht als Prüfungsarbeit für eine staatliche oder andere wissenschaftliche Prüfung eingereicht habe und

dass ich die gleiche, eine in wesentlichen Teilen ähnliche oder eine andere Abhandlung nicht bei einer anderen Hochschule als Dissertation eingereicht habe.

Tobias Gürtler

Riechheim, den 06.03.2004

Lebenslauf**Persönliche Daten:**

Name	Gürtler, Tobias
Geburtsdatum	03. 09. 1977
Geburtsort	Arnstadt
Familienstand	ledig
Staatsangehörigkeit	Bundesrepublik Deutschland

Schulbildung:

1984 - 1988	Polytechnische Oberschule in Elleben und Witzleben Grundstufe
1988 - 1991	Polytechnische Oberschule in Osthausen Oberstufe
1991 - 1996	Johann-Gottfried-Herder-Gymnasium in Arnstadt
1996	Abitur

Wehr-/Zivildienst:

1996 - 1997	Zivildienst
-------------	-------------

Hochschulbildung:

1997 - 2003	Studium, Zahnmedizin, Friedrich-Schiller-Universität Jena
18.12.2002	Staatsexamen, Friedrich-Schiller-Universität Jena
16.01.2003	Approbation als Zahnarzt
2003 - 2004	Promotionsstudent, Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde, Friedrich-Schiller-Universität Jena

Berufstätigkeit:

Seit 2004	Assistenz Zahnarzt, Praxis Dr. med. Horst Popp und DS Suzann Popp, Mainzerhofplatz 14a, 99084 Erfurt
-----------	---

Tobias Gürtler

Riechheim, den 06.03.2004

Danksagung

An dieser Stelle sei mir erlaubt, Herrn Prof. Dr. med. dent. habil. D. Welker für die Vergabe des Themas, die Unterstützung bei der Erstellung des Manuskriptes und sein Interesse am Gelingen der Arbeit herzlich zu danken.

Herrn Prof. Dr. med. dent. habil. E. Lenz danke ich für die sehr guten Arbeitsmöglichkeiten in der von ihm aufgebauten Abteilung für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde in Erfurt.

Frau Oberärztin Dr. med. dent. B. Melle bin ich für die gesamte Betreuung während der Promotion sowie die ausgesprochen angenehme Arbeitsatmosphäre in ihrer Abteilung sehr verbunden.

Mein besonderer Dank gilt den Mitarbeitern des Werkstoffkundelabors Erfurt, Frau Dipl.-Ing. I. Orlob und Herrn Dipl.-Ing. G. Raser, für die Bereitstellung gerätetechnischer Anlagen, die hilfsbereite Einarbeitung in die experimentellen Arbeitstechniken sowie die zahlreichen anregenden Hinweise zum Gelingen dieser Dissertation.

Herrn Dipl.-Phys. W. Dietz danke ich für die Unterstützung bei den Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop.

Für die Anfertigung und Digitalisierung der Fotografien danke ich der Mitarbeiterin des Fotolabors Frau R. Riese.